
Evaluation des performances d'un pilote de séparation primaire dans la station d'épuration d'Embourg

Auteur : Cavenaile, Agathe

Promoteur(s) : Lambert, Stéphanie; Léonard, Angélique

Faculté : Gembloux Agro-Bio Tech (GxABT)

Diplôme : Master en bioingénieur : sciences et technologies de l'environnement, à finalité spécialisée

Année académique : 2023-2024

URI/URL : <http://hdl.handle.net/2268.2/21149>

Avertissement à l'attention des usagers :

Tous les documents placés en accès ouvert sur le site le site MatheO sont protégés par le droit d'auteur. Conformément aux principes énoncés par la "Budapest Open Access Initiative"(BOAI, 2002), l'utilisateur du site peut lire, télécharger, copier, transmettre, imprimer, chercher ou faire un lien vers le texte intégral de ces documents, les disséquer pour les indexer, s'en servir de données pour un logiciel, ou s'en servir à toute autre fin légale (ou prévue par la réglementation relative au droit d'auteur). Toute utilisation du document à des fins commerciales est strictement interdite.

Par ailleurs, l'utilisateur s'engage à respecter les droits moraux de l'auteur, principalement le droit à l'intégrité de l'oeuvre et le droit de paternité et ce dans toute utilisation que l'utilisateur entreprend. Ainsi, à titre d'exemple, lorsqu'il reproduira un document par extrait ou dans son intégralité, l'utilisateur citera de manière complète les sources telles que mentionnées ci-dessus. Toute utilisation non explicitement autorisée ci-avant (telle que par exemple, la modification du document ou son résumé) nécessite l'autorisation préalable et expresse des auteurs ou de leurs ayants droit.

EVALUATION DES PERFORMANCES D'UN PILOTE DE SEPARATION PRIMAIRE DANS LA STATION D'EPURATION D'EMBOURG

AGATHE CAVENAILE

**TRAVAIL DE FIN D'ETUDES PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
MASTER BIOINGENIEUR EN SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'ENVIRONNEMENT**

ANNEE ACADEMIQUE 2023-2024

CO-PROMOTEURS : STÉPHANIE LAMBERT ET ANGELIQUE LEONARD

© Toute reproduction du présent document, par quelque procédé que ce soit, ne peut être réalisée qu'avec l'autorisation de l'auteur et de l'autorité académique de Gembloux Agro-Bio Tech.

Le présent document n'engage que son auteur.

EVALUATION DES PERFORMANCES D'UN PILOTE DE SEPARATION PRIMAIRE DANS LA STATION D'EPURATION D'EMBOURG

AGATHE CAVENAILE

**TRAVAIL DE FIN D'ETUDES PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
MASTER BIOINGENIEUR EN SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'ENVIRONNEMENT**

ANNEE ACADEMIQUE 2023-2024

CO-PROMOTEURS : STÉPHANIE LAMBERT ET ANGELIQUE LEONARD

Remerciements

Je tiens à remercier sincèrement toutes les personnes qui m'ont soutenue, conseillée, et guidée tout au long de la réalisation de ce travail de fin d'études.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à l'ensemble des membres du Cebedeau pour leur accueil chaleureux et leur soutien constant. Un remerciement tout particulier s'adresse aux membres du laboratoire où j'ai eu l'occasion de travailler, pour leur encadrement et leur disponibilité. Je remercie également les membres du projet lié à l'installation sur laquelle j'ai eu la chance de travailler. Leur expertise et leur collaboration ont été essentielles à la réussite de ce travail.

Je remercie particulièrement les membres de mon jury :

- Monsieur Paul Henry, mon encadrant au Cebedeau,
- Les Professeures Stéphanie Lambert et Angélique Léonard, mes copromotrices,
- Le Professeur Frank Delvigne,
- La Professeure Catherine Charles, Présidente du jury.

Merci également au laboratoire du CERM de la faculté des sciences pour l'encadrement fourni lors des analyses.

Enfin, je remercie chaleureusement mon entourage pour leur soutien, leur patience, leurs corrections orthographiques et j'en passe.

Résumé

La gestion des eaux usées présente des enjeux majeurs pour nos sociétés. En Wallonie, les efforts se portent actuellement et pour quelques années encore sur les stations de petite taille (<2.000 EH). La séparation primaire chimiquement assistée est une voie prometteuse dans ce cadre. En effet, elle nécessite peu d'énergie et permet de récupérer un maximum de matières potentiellement valorisables en biométhanisation. Cette technologie est étudiée dans ce travail selon deux axes : des essais laboratoires (jar-tests) menés sur eau résiduaire urbaine (sélection du type et de la dose de coagulants) et sur des eaux d'industries agro-alimentaires, et en l'évaluation des performances d'un pilote. Ce pilote utilise un système d'injection de réactif en ligne et deux systèmes de séparation (hydrocyclone et décanteur lamellaire). De plus, dans l'optique d'un asservissement de l'injection de réactif à la charge polluante, la conductivité de l'eau a été étudiée comme indicateur.

Comme attendu, le chlorure ferrique a montré de bonnes performances dès l'ajout de 5 mgFe³⁺/L avec une amélioration significative à 20 mgFe³⁺/L. Les doses de 5, 10 et 20 mgFe³⁺/L ont été sélectionnées pour être testées sur le pilote à des débits de 5 et 7 m³/h.

Les essais menés sur l'hydrocyclone n'ont pas été concluants. C'est probablement dû à la faible densité des particules (non évaluée), leur petite taille (<100 µm) ou à des forces de cisaillement importantes, fractionnant les particules. Des essais complémentaires seraient nécessaires avant de statuer. Les essais menés sur le décanteur lamellaire ont montré de bons résultats, particulièrement aux doses de 10 mgFe³⁺/L et de 20 mgFe³⁺/L à 5m³/h. Pour ces doses, les abattements de turbidité étaient supérieurs à 90% sur des eaux suffisamment chargées (turbidité>250 FNU) avec des turbidités résiduaire moyennes de 27,1 ± 3,9 et de 45,3 ± 32,1 FNU respectivement. Le témoin, quant à lui ne montrait que des abattements de l'ordre de 40 à 60%.

Concernant l'asservissement à la conductivité, bien que le modèle linéaire construit entre les MES et la conductivité ne permet de saisir qu'une part limitée de la variabilité (R²=0,37), le modèle ROC construit avec la conductivité comme classificateur d'une concentration en MES supérieure à 35 mg/L a montré de bonnes performances (AUC-ROC=0,887), rendant la conductivité prometteuse pour contrôler l'ajout de coagulant.

Mots-clés : eaux résiduaire urbaine, séparation primaire chimiquement assistée, coagulation, abattement de la turbidité, essai sur pilote, jar-test, conductivité

Abstract

Wastewater management is a major issue for our societies. In Wallonia, efforts are focusing on small treatment plants (<2,000 PE). Chemically enhanced primary treatment is a promising approach in this context. Indeed, it requires little energy and allows for the recovery of a maximum amount of material that can be valorized through biomethanization. This technology is studied in this work along two axes: laboratory trials (jar tests) on urban wastewater and on agri-food industry wastewater, as well as an evaluation of pilot performance. This pilot uses an in-line reagent injection system and two separation systems: a hydrocyclone and a lamellar settler. Moreover, in the aim of adjusting the coagulant injection to the pollutant load, conductivity was studied as an indicator.

As expected, ferric chloride showed good efficiency with an addition of 5 mgFe³⁺/L, with a significant improvement at 20 mgFe³⁺/L. The doses of 5, 10, and 20 mgFe³⁺/L were selected to be tested on the pilot at flow rates of 5 and 7 m³/h.

The trials conducted with the hydrocyclone were inconclusive. This may be due to particle density too low (not evaluated), particle size being too small (< 100 μm) or due to high shear forces, which could have fragmented the particles. Trials carried out on the lamellar settler showed good results, particularly at the doses of 10 mgFe³⁺/L and 20 mgFe³⁺/L at 5 m³/h. For these doses, turbidity removal exceeded 90% on sufficiently charged water (turbidity > 250 NTU), with residual turbidity of 27.1 ± 3.9 and 45.3 ± 32.1 NTU, respectively. In contrast, the control only showed turbidity removal between 40% and 60%.

About enslaving to conductivity, although the linear model built between TSS and conductivity captures only a limited part of the variability ($R^2 = 0.37$), the ROC model built with conductivity as a classifier of TSS concentrations above or below 35 mg/L showed good performance (AUC-ROC = 0.887), making conductivity a promising tool for controlling coagulant addition.

Key words: urban wastewater, chemically enhanced primary treatment, coagulation, turbidity removal, pilot trial, jar-test, conductivity

Table des matières

REMERCIEMENTS.....	I
RÉSUMÉ.....	II
ABSTRACT	III
TABLE DES MATIÈRES	IV
TABLE DES FIGURES.....	VIII
TABLE DES TABLEAUX	X
LISTE DES ABRÉVIATIONS	XI
1. INTRODUCTION.....	1
1.1. Cadre	1
1.2. Petites collectivités – définitions et techniques actuelles d’épuration	3
1.3. Composition des effluents urbains	4
1.4. Unité pilote.....	5
1.4.1. Concept	5
1.4.2. Performances attendues	5
1.5. Coagulation	6
1.5.1. Principes	6
1.5.2. Facteurs clés.....	7
1.6. Contrôle de l’ajout de coagulant.....	8
1.7. Séparation liquide/solide	9
1.7.1. Sédimentation floculante.....	9
1.7.2. Sédimentation gravitaire accélérée	9
1.8. Réactivation	10

2. MATÉRIEL & MÉTHODE.....	12
2.1. Jar-Tests	12
2.1.1. Eaux traitées.....	12
2.1.2. Coagulants et floculants	12
2.1.3. Modalités testées	12
2.1.4. Pré-tests	13
2.1.5. Jar-test – essai de coagulation	13
2.1.6. Jar-test – essai de coagulation-floculation	13
2.1.7. Analyses des données	14
2.2. Relation conductivité-MES.....	15
2.3. Pilote	16
2.3.1. Localisation.....	16
2.3.2. Composition du pilote	17
2.3.3. Chenal eau brute et bassin tampon	17
2.3.4. Dosage des coagulants et mélange	18
2.3.5. Hydrocyclone.....	19
2.3.6. Décanteur lamellaire	20
2.3.7. Purge des boues	21
2.3.8. Réactivation.....	22
2.4. Essais pilote	22
2.5. Méthodes analytiques	23
2.5.1. Demande chimique en Oxygène (DCO).....	23
2.5.2. Matière en suspension (MES)	23
2.5.3. Ortho phosphates (Po)	24
2.5.4. Dosage du Fer.....	24
2.5.5. Turbidité	24
2.5.6. Conductivité et pH.....	24
2.5.7. Mesure de la taille des particules (DLS)	24
3. RÉSULTATS.....	25
3.1. Jar-tests ERU.....	25
3.1.1. Caractéristiques des eaux testées	25
3.1.2. Chlorure ferrique (FeCl ₃)	25
3.1.3. Autres coagulants.....	27

3.1.4.	Conclusion – doses sélectionnées pour les essais pilote.....	28
3.2.	Jar-test ERI.....	28
3.2.1.	Caractéristiques des eaux testées.....	28
3.2.2.	Pré-tests.....	29
3.2.3.	Jar-tests.....	29
3.3.	Relation conductivité-MES.....	32
3.4.	Essai pilote.....	36
3.4.1.	Mise en service du pilote.....	36
3.4.2.	Efficacité du mélange.....	37
3.4.3.	Ajout de Fer.....	38
3.4.4.	Hydrocyclone.....	38
3.4.5.	Décanteur lamellaire.....	40
3.4.6.	Bilan massique – Décanteur lamellaire.....	41
3.4.7.	Calibration de la purge de boue.....	42
3.4.8.	Ajout de flocculant.....	42
4.	DISCUSSION.....	43
4.1.	Choix du coagulant.....	43
4.1.1.	Coagulants minéraux.....	43
4.1.2.	Coagulants organiques.....	44
4.2.	Pilote.....	45
4.2.1.	Limites des essais.....	45
4.2.2.	Ajout du coagulant.....	45
4.2.3.	Hydrocyclone.....	46
4.2.4.	Décanteur lamellaire.....	47
4.2.5.	Réactivation.....	48
4.2.6.	Zone de rejet végétalisé.....	49
4.2.7.	Voies d’amélioration.....	50
4.2.8.	Usages futurs du pilote.....	51
4.3.	Asservissement à la conductivité.....	52
4.3.1.	Conductivité brute VS Conductivité corrigée.....	52
4.3.2.	Limites de l’usage de la conductivité.....	52
4.3.3.	Seuil de MES utilisé.....	53

4.4. Aspects économiques	53
5. CONTRIBUTION PERSONNELLE DE L'ÉTUDIANTE.....	55
6. CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	56
7. BIBLIOGRAPHIE.....	57
ANNEXE I : BOXPLOT DU JEU DE DONNÉES UTILISANT LA CONDUCTIVITÉ CORRIGÉE AVANT (AU-DESSUS) ET APRÈS (EN-DESSOUS) LEUR FILTRATION. LA CONDUCTIVITÉ EST EN $\mu\text{S}/\text{CM}$, LA DCO EN MGO_2/L, LE NH_4 EN MGN/L ET LES MES EN MG/L	65
ANNEXE II : RELATION ENTRE LA TURBIDITÉ ET LES MES.....	66
ANNEXE III : COMPARAISON ENTRE LES CONDUCTIVITÉS MESURÉES À EMBOURG ET PENDANT LES ÉTUDES DE DILUTION.....	68

Table des figures

FIGURE 1 : HIÉRARCHIE DES DÉCHETS ÉTABLIE PAR LA DIRECTIVE CADRE DU PARLEMENT EUROPÉEN RELATIVE AUX DÉCHETS	2
FIGURE 2 : PRÉSENTATION DU FONCTIONNEMENT GLOBAL DU PILOTE ÉTUDIÉ	5
FIGURE 3 : REPRÉSENTATION DE LA DOUBLE COUCHE DIFFUSE SELON LE MODÈLE DE STERN (SCHOEMAKER ET AL., 2012).....	6
FIGURE 4 : FONCTIONNEMENT D'UN HYDROCYCLONE (FONCTIONNEMENT ET APPLICATIONS DES HYDROCYCLONES, S. D.).....	10
FIGURE 5 : SCHÉMA D'UN RÉACTEUR À BIOMASSE FIXÉE SUBMERGÉE (LE ET AL., 2016).....	11
FIGURE 6 : PHOTO DU JAR-TEST UTILISÉ.....	14
FIGURE 7 : PLAN D'ASSAINISSEMENT AUTOUR LA STATION D'EMBOURG (PLAN D'ASSAINISSEMENT PAR SOUS-BASSIN HYDROGRAPHIQUE, S. D.).....	17
FIGURE 8 : SCHÉMA DU PILOTE.....	18
FIGURE 9 : PHOTOS DE LA ZONE DE D'INJECTION (MARQUÉE EN ROUGE) ET DE MÉLANGE (ENTOURÉE EN JAUNE).	19
FIGURE 10 : PHOTO DE L'HYDROCYCLONE.....	20
FIGURE 11 : PHOTO DU DÉCANTEUR LAMELLAIRE	21
FIGURE 12 : SCHÉMA DU DÉCANTEUR LAMELLAIRE. LA ZONE DE STOCKAGE DES BOUES EST EN JAUNE.	22
FIGURE 13 : TURBIDITÉ RÉSIDUAIRE EN FONCTION DE L'AJOUT DE FER	26
FIGURE 14 : MES RÉSIDUAIRES EN FONCTION DE L'AJOUT DE FER	26
FIGURE 15 : DCO SOLUBLE RÉSIDUELLE EN FONCTION DE L'AJOUT DE FER	26
FIGURE 16 : EFFET DE LA DOSE DE CHLORURE FERRIQUE ET DE CHLORURE D'ALUMINIUM SUR LA TURBIDITÉ DES EAUX TRAITÉS ; JAR-TESTS RÉALISÉS SUR LES EAUX DE LA SÉRIE AC-1	27
FIGURE 17 : EFFET DE L'AJOUT DE LAIT DE CHAUX SUR LA TURBIDITÉ ET LA CONDUCTIVITÉ DES EAUX TRAITÉES. JAR-TEST RÉALISÉ SUR LES EAUX DE LA SÉRIE AC-1	27
FIGURE 18 : EFFET DE L'AJOUT DE FLOCCULANT SUR LA TURBIDITÉ DES EAUX TRAITÉES AVEC AJOUT DE COAGULANT (10 MGFE ³⁺ /L). JAR-TEST RÉALISÉ SUR LES EAUX DE LA SÉRIE AC-1	28
FIGURE 19 : MODÈLE DE RÉGRESSION LINÉAIRE ADAPTÉ AUX DONNÉES DE CONDUCTIVITÉ BRUTE (μS/CM) ET DE LA RACINE CARRÉE DES MES. L'ÉQUATION DE LA DROITE DE RÉGRESSION EST : $MES = 3,35 + 0,00463 * conductivité$ ET LE R ² EST DE 0,29	34
FIGURE 20 : MODÈLE DE RÉGRESSION LINÉAIRE ADAPTÉ AUX DONNÉES DE CONDUCTIVITÉ CORRIGÉE (μS/CM) ET DE MES (MG/L). L'ÉQUATION DE LA DROITE DE RÉGRESSION EST : $MES = 6,28 + 0,00504 * conductivité$ ET LE R ² EST DE 0,37	34
FIGURE 21 : COURBE ROC (EN BLEU) PRÉSENTANT L'EFFICACITÉ DE LA CONDUCTIVITÉ BRUTE COMME CLASSIFICATEUR DE LA CONCENTRATION EN MES	34
FIGURE 22 : COURBE ROC (EN BLEU) PRÉSENTANT L'EFFICACITÉ DE LA CONDUCTIVITÉ CORRIGÉE COMME CLASSIFICATEUR DE LA CONCENTRATION EN MES	35

FIGURE 23 : DISTRIBUTION DE LA TAILLE DES PARTICULES AVANT TRAITEMENT (ESSAI À 5 M ³ /H) SELON LE VOLUME ET LE NOMBRE DE PARTICULES. SELON LA DISTRIBUTION EN FONCTION DU NOMBRE DE PARTICULES, LES MOYENNES DES DEUX PICS VISIBLES SONT DE 2.510,3 ± 565,2 ET DE 49.812 ± 14.525 NM	39
FIGURE 24 : DISTRIBUTION DE LA TAILLE DES PARTICULES APRÈS TRAITEMENT (ESSAI À 5 M ³ /H) SELON LE VOLUME ET LE NOMBRE DE PARTICULES. SELON LA DISTRIBUTION EN FONCTION DU NOMBRE DE PARTICULES, LES MOYENNES DES TROIS PICS VISIBLES SONT DE 657,7 ± 88,2, DE 2.889,2 ± 238,1 ET 64.048 ± 12.089 NM	39
FIGURE 25 : DISTRIBUTION DE LA TAILLE DES PARTICULES AVANT TRAITEMENT (ESSAI À 7 M ³ /H) SELON LE VOLUME ET LE NOMBRE DE PARTICULES. SELON LA DISTRIBUTION EN FONCTION DU NOMBRE DE PARTICULES, LES MOYENNES DES TROIS PICS VISIBLES SONT DE 229,6 ± 88,2 ET 48.776 ± 8.605 NM	39
FIGURE 26 : DISTRIBUTION DE LA TAILLE DES PARTICULES APRÈS TRAITEMENT (ESSAI À 7 M ³ /H) SELON LE VOLUME ET LE NOMBRE DE PARTICULES. SELON LA DISTRIBUTION EN FONCTION DU NOMBRE DE PARTICULES, LES MOYENNES DES QUATRE PICS VISIBLES SONT DE 53,2 ± 3,5, DE 198,2 ± 32,7, DE 978 ± 176 ET 70.879 ± 12.966 NM	40
FIGURE 27 : ESSAIS MENÉS SUR LE DÉCANTEUR LAMELLAIRE. ABATTEMENT DE LA TURBIDITÉ EN FONCTION DE LA TURBIDITÉ D'ENTRÉE. EN TRAITS PLEINS, LES ESSAIS MENÉS À 5 M ³ /H, EN TRAITS POINTILLÉS, CEUX MENÉS À 7M ³ /H. EN BLEU, LES ESSAIS TÉMOIN (0 MGFE ³⁺ /L), EN VERT, LES ESSAIS À 5 MGFE ³⁺ /L, EN ORANGE, LES ESSAIS À 10 MGFE ³⁺ /L ET EN BRUN, CEUX À 20 MGFE ³⁺ /L. LES MESURES FAITES AVEC LA POMPE VIDE-CAVE SONT REPRÉSENTÉES AVEC UNE CROIX, CELLE AVEC LA POMPE DISQUE OUVERT, AVEC UN POINT	41
FIGURE 28 : PHOTO DU DESSUS DU DÉCANTEUR LAMELLAIRE APRÈS 5 HEURES DE FONCTIONNEMENT.....	51
FIGURE 29 : SITES DE PRODUCTION WALLONS D'EAU DE DISTRIBUTION D'EAU PROVENANT DES EAUX DE SURFACE ET SOUTERRAINES (≥1.000.000 M ³) (SPW, S. D.-B)	53

Table des tableaux

TABLEAU 1 : CHARGES ATTENDUES EN SORTIE DE TRAITEMENT	5
TABLEAU 2 : CLASSIFICATION DES PARTICULES SELON LEUR TAILLE (FARLEY ET MOREL, 1986).....	6
TABLEAU 3 : CARACTÉRISTIQUES DU MODULE DE DÉCANTATION LAMELLAIRE	21
TABLEAU 4 : CARACTÉRISTIQUES DES EAUX BRUTES (ERU) TESTÉES.....	25
TABLEAU 5 : CARACTÉRISTIQUES DES 6 EAUX BRUTES TESTÉES (ERI) PENDANT LES ESSAIS DE COAGULATION .	29
TABLEAU 6 : RÉSUMÉ DES PRÉ-TESTS (ERI).....	30
TABLEAU 7 : RÉACTIFS TESTÉ VS EAUX USÉES (JAR-TESTS ERI)	31
TABLEAU 8 : RÉSULTATS DES JAR-TESTS ERI (ABATTEMENT MAXIMUM DE LA TURBIDITÉ ET MES).....	31
TABLEAU 9 : MES, DCO SOLUBLE, DCO TOTALE (ESTIMATION) ET ORTHO PHOSPHATE RÉSIDUAIRES MINIMUMS ATTEINTS PENDANT LES ESSAIS SUR ERI	32
TABLEAU 10 : MATRICE DE CORRÉLATION.....	33
TABLEAU 11 : RÉSULTATS DE LA VALIDATION CROISÉE MENÉE SUR LE MODÈLE ROC UTILISANT LA CONDUCTIVITÉ BRUTE COMME CLASSIFICATEUR DE LA CONCENTRATION EN MES	35
TABLEAU 12 : RÉSULTATS DE LA VALIDATION CROISÉE MENÉE SUR LE MODÈLE ROC UTILISANT LA CONDUCTIVITÉ CORRIGÉE COMME CLASSIFICATEUR DE LA CONCENTRATION EN MES.....	36
TABLEAU 13 : LISTE DES PROBLÈMES RENCONTRÉS LORS DE LA MISE EN SERVICE DU PILOTE DE SÉPARATION PRIMAIRE.....	36
TABLEAU 14 : RÉSULTATS DES MESURES DE LA CONCENTRATION EN FER MESURÉE EN SORTIE DE MÉLANGEUR ET EN ENTRÉE D'HYDROCYCLONE	38
TABLEAU 15 : TURBIDITÉ RÉSIDUAIRE (FNU) – ESSAIS MENÉS SUR DÉCANTEUR LAMELLAIRE AVEC LA POMPE À DISQUE OUVERT	41
TABLEAU 16 : BILAN MASSIQUE RÉALISÉ EN TEMPS SEC.....	42
TABLEAU 17 : PRODUCTION DE BOUE ET FRÉQUENCE D'OUVERTURE DE LA VANNE POUR LES DIFFÉRENTES MODALITÉS TESTÉES PENDANT LES ESSAIS PILOTES SUR LE DÉCANTEUR LAMELLAIRE	42

Liste des abréviations

AUC : area under the curve

DBO : demande biologique en oxygène

DCO : demande chimique en oxygène

DLS : diffusion dynamique de la lumière

EH : équivalent habitant

ERI : eau résiduaire industrielle

ERU : eau résiduaire urbaine

MES : matière en suspension

Po : orthophosphate

ROC : receiver operating characteristics

STEP : station d'épuration

ZRV : zone de rejet végétalisé

1. Introduction

1.1. Cadre

À l'heure actuelle, la gestion de l'eau pose des questions majeures pour l'avenir. L'altération de la qualité de l'eau a des effets directs sur les services écosystémiques rendus qu'ils soient d'approvisionnement, de régulation ou culturels et a, en conséquence, un impact humain non négligeable (Dodds et al., 2013). De plus, ces effets sont aggravés par l'augmentation des populations humaines (Liyanage & Yamada, 2017).

Les deux principales directives européennes qui régissent la gestion des eaux usées en Wallonie sont la dir 91/271 (en cours de révision) et la directive cadre eau 2000/60/CE. La première fixe des obligations de moyens (en termes de station d'épuration et de normes), la seconde une obligation de résultats (en termes de qualité des masses d'eau) (*Water Framework Directive - European Commission, 2024*).

En Wallonie, sur la période 2013-2018, près de 53% des masses d'eau de surface affichaient un état écologique mauvais à moyen et 32%, un état chimique mauvais (SPW, s. d.-a). Ce mauvais état est dû aux sources de pollution diffuse et ponctuelle. La pollution diffuse trouve principalement sa source dans l'agriculture (engrais, herbicides, pesticides,...) et la pollution ponctuelle dans les rejets urbains et industriels (Accoe et al., 2008). En Wallonie, ces rejets peuvent être traités de manière collective en station d'épuration (STEP) par les organismes d'assainissement agréés (OAA) ou de manière autonome, à l'échelle de l'habitation. Parmi la capacité épuratoire nominale concernée par le régime d'épuration collectif, c'est-à-dire 4.466.676 équivalents habitants (EH), 92,1% sont actuellement équipées, 0,8% le seront bientôt (STEP en construction ou adjudgée) et 7,1% doivent l'être. Ces 7,1% représentent 474 STEP pour 319.393 EH. C'est donc sur les agglomérations inférieures à 2.000 EH que les efforts futurs se porteront (SPW, s. d.-c).

De manière générale mais également dans le cadre du traitement des eaux, la notion de circularité devient prépondérante. Il s'agit d'un objectif pour l'Europe et la Belgique. Cette dernière la définit ainsi : « L'économie circulaire est un système économique et industriel visant à maintenir les produits, leurs composants et les matériaux en circulation le plus longtemps possible à l'intérieur du système, tout en veillant à garantir la qualité de leur utilisation. L'économie circulaire s'oppose en cela à l'économie linéaire qui se débarrasse des produits et matériaux en fin de vie économique. » (*Economie circulaire | Belgium.be, s. d.*).

L'économie circulaire cherche donc à éliminer la production de déchets en les repensant comme des ressources utiles. Dans ce but, la directive cadre de l'Union Européenne sur les déchets (directive 2008/98/CE) a établi une hiérarchie des déchets. Cette hiérarchie classe les options de gestion des déchets allant de la meilleure option au dernier recours (Figure 1) (*Directive - 2008/98 - EN - EUR-LEx*, 2008). L'eau usée est une matrice complexe, composée d'eau et de divers résidus renfermant du carbone, de l'azote, du phosphore,... (Degrémont SA, 2005). Dans le cadre de la circularité et moyennant un traitement plus ou moins poussé, l'eau épurée peut être réutilisée ou recyclée (irrigation, réutilisation ou rechargement de nappes) (Eslamian, 2016). La charge carbonée est également intéressante dans la mesure où elle contient une quantité d'énergie chimique pouvant être récupérée et valorisée en biométhanisation par exemple (Ersahin et al., 2011).

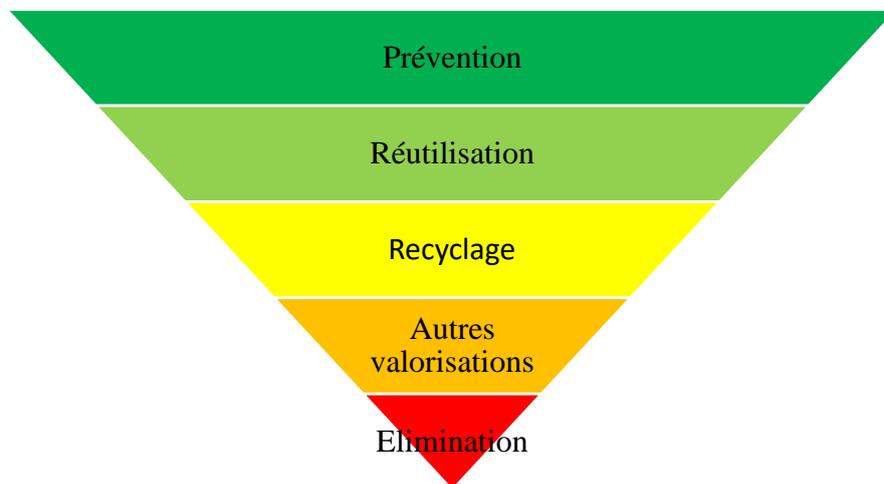


Figure 1 : hiérarchie des déchets établie par la directive cadre du Parlement européen relative aux déchets

Le sujet de ce travail de fin d'étude s'inscrit dans le cadre d'un projet FEDER porté par l'Université de Liège et le Cebedeau relatif aux techniques d'épuration et de valorisation des eaux usées des petites collectivités et des PME agroalimentaires (l'intérêt se portant principalement sur les petits producteurs d'eaux usées). Il s'agit d'associer un traitement primaire intensif de récupération des matières particulières des eaux usées à un traitement biologique extensif de type zone de rejet végétalisé.

La séparation primaire (séparation des matières particulières) est une des technologies de traitement s'inscrivant dans les objectifs de valorisation/circularité : outre une forte diminution de la charge polluante à traiter (biologiquement) en aval, les boues primaires récupérées peuvent être valorisées par biométhanisation (Kooijman et al., 2017). La séparation primaire chimiquement assistée (coagulation) permet d'en augmenter le rendement d'élimination ; c'est un axe d'étude de ce projet. Un pilote utilisant cette technologie a été

construit à cette fin. Le traitement des eaux par coagulation est connu et utilisé depuis des millénaires. Il ne nécessite pas d'énergie autre que l'énergie de pompage et est relativement simple à mettre en place. De nombreuses études l'ont d'ailleurs présenté comme une technologie envisageable y compris pour les pays en voie de développement (Aiyuk et al., 2004; Shewa & Dagneu, 2020).

L'objectif du travail est d'évaluer les performances de la séparation primaire assistée pour des effluents urbains et de juger de la faisabilité d'une filière de traitement complet intégrant cette technologie en prétraitement. Pour ce faire, la technologie de séparation primaire chimiquement assistée a été étudiée selon deux axes pendant ce travail : des essais laboratoires menés sur eau résiduaire urbaine (ERU) et industrielle (ERI), et l'évaluation des performances d'une installation pilote sur site. En complément, la conductivité a été étudiée comme moyen de contrôle de l'ajout de coagulant dans le but de l'adapter à la charge polluante.

1.2. Petites collectivités – définitions et techniques actuelles d'épuration

Une petite collectivité se définit comme inférieure à 2.000 équivalents habitants (EH). A l'occasion d'un état des lieux sur les procédés utilisés dans les petites stations d'épuration du bassin Rhin-Meuse en 2007 (Colin, 2007), les méthodes et procédés utilisés pour traiter les eaux des petites stations ont été recensés. Les méthodes et procédés communément utilisés sont le traitement primaire (fosse septique « toutes eaux » et décanteur-digesteur), la culture libre (boues activées aération prolongée, boues activées SBR (*sequencing batch reactor*), lagunage naturel et lagunage aéré), la culture fixée sur support grossier (lit bactérien et disque biologique) et la culture fixée sur support fin (infiltration-percolation, filtres plantés de roseaux à écoulement vertical et filtre plantés de roseaux à écoulement horizontal). La plupart de ces technologies se retrouvent également en Région Wallonne dans les petites stations urbaines.

Ces différents procédés affichent des performances très variées en termes d'abattement de la pollution, d'adaptation aux variations de charge hydraulique ou de qualité d'influents, de contraintes liées à l'environnement (intégration paysagère, nuisance sonore et olfactive), de contraintes spatiales (emprise foncière), de difficultés d'exploitation ou de coût (Colin, 2007).

L'objectif du pilote est donc de combiner les avantages d'un traitement primaire poussé (coût, simplicité d'utilisation, emprise foncière faible) avec un traitement biologique en amont,

adapté à une charge relativement faible (fraction soluble) et répondant au même besoin de simplicité.

1.3. Composition des effluents urbains

L'EH sert à quantifier le rejet moyen journalier produit par une personne. Il correspond à 180L d'eau, 90 g de matière en suspension (MES), 60 g de demande biologique en oxygène (DBO5), 135 g de demande chimique en oxygène (DCO), 9,9 g d'azote total (NT) et 2 g de phosphore total (PT) par jour et par EH (*Notion d'équivalent-habitant (EH) | Société Publique de la Gestion de l'Eau, s. d.*).

Toutefois, cet EH n'est pas adapté aux petites agglomérations et un EH rural, défini dans le cadre d'une convention SPGE/CEBEDEAU/ALMADIUS, sera utilisé dans le cadre de ce travail. Il correspond à 40 g de MES/j, 94 g de DCO/j (dont 49 g de DCO soluble) et 40 g de DBO5/j. Le volume journalier en sortie d'habitation est de 120 L/EH*J. Les petites agglomérations étant marquée par l'introduction d'eau claire parasite dans les réseaux, le volume journalier utilisé sera de 180 L/EH*j.

La décomposition des eaux usées en ses différentes fractions (particulaire ou soluble) permet de chiffrer l'abattement théorique de la pollution en termes de DCO au traitement primaire.

Cette décomposition se fait de manière empirique et le ratio typique entre la DCO particulaire et les MES est de 1.12 gDCO/gMES (Henze, 2008).

Tenant compte de ces ratios et des caractéristiques initiales précédemment décrites, il est possible de calculer un abattement théorique de la DCO sur base de l'abattement des MES (objectif) selon l'équation 1. Dans le cas de ce pilote, l'objectif est de plus ou moins 80% d'abattement des MES (Meric et al., 2002; Shewa & Dagnew, 2020), ceci permettant d'abattre théoriquement 42.9% de la DCO (équation 1). De là, il est aisé de comprendre l'intérêt porté à cette technique d'épuration.

$$\%_{DCO} = MES_i * \%_{MES} * X / DCO_i \quad (1)$$

Où $\%_{DCO}$ est le pourcentage d'élimination de la DCO, MES_i est la concentration en MES initiale (mg/L), $\%_{MES}$, le pourcentage d'abattement des MES, X, l'équivalent DCO/MES (mgO₂/mgMES) et DCO_i , la concentration en DCO initiale (mgO₂/L).

1.4. Unité pilote

1.4.1. Concept

Le concept du pilote est présenté de manière générale à la Figure 2. Un schéma détaillé est présenté à la Figure 8. Les considérations théoriques liées aux différentes technologies du pilote sont présentées dans la suite de cette introduction à l'exception de la zone de rejet végétalisée (ZRV) qui ne sera pas étudiée sur terrain.

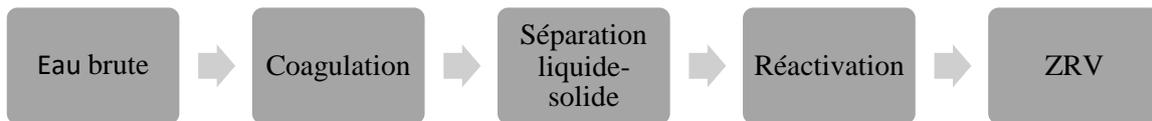


Figure 2 : présentation du fonctionnement global du pilote étudié

1.4.2. Performances attendues

Un résumé des performances attendues du pilote est présenté au Tableau 1. Ce calcul a été réalisé sur un EH rural avec une charge de 500 EH et un débit Q18. Les données d'abattement utilisées sont régulièrement retrouvées dans la bibliographie dans le cas de séparation primaire chimiquement assistée sur ERU (Meric et al., 2002; Shewa & Dagnew, 2020) et de réactivation sur biomasse fixée aérée avec un temps de rétention de 2h (Pahlavanzadeh et al., 2018; Valipour et al., 2014). Les considérations techniques liées à ces systèmes d'épuration sont détaillées dans la suite de cette introduction.

Tableau 1 : charges attendues en sortie de traitement

	Entrée		Sortie séparation primaire			Sortie réactivation		
	Kg/j	Mg/L	Kg/j	Mg/L	% abattement	Kg/j	Mg/L	% abattement
MES	20	222	4	44	80	7.5	80	/
DCO totale	47	522	25	278	50	5	55.6	80
DCO soluble	24.5	272	23.3	259	5	4.66	51.2	80
DBO5	20	222	10	111	50	2	10	80

1.5. Coagulation

1.5.1. Principes

La pollution présente dans l'ERU est particulaire et dissoute. C'est la pollution particulaire qui est visée par le processus de coagulation.

Les particules sont classées en plusieurs catégories selon leur taille. Ces dénominations peuvent varier selon les auteurs. Dans le cadre de ce travail, c'est la classification de Farley et Morel, 1986 qui sera utilisée (Tableau 2).

Tableau 2 : Classification des particules selon leur taille (Farley et Morel, 1986)

Dénomination	Taille des particules (μm)
Sédimentable	>100
Supracolloïdales	1 – 100
Colloïdales	$10^{-3} - 1$
Solubles	$<10^{-3}$

Les particules colloïdales ont la capacité de rester stables en maintenant un état dispersé. En effet, ces particules sont naturellement chargées négativement et influencent les ions présents dans la solution. Autour du colloïde, une double couche électrique va se former. La première couche est une surface chargée positivement (couche de Stern). La seconde est une couche diffuse dans laquelle les ions peuvent être adsorbés. Cette double couche est décrite par le modèle de Stern et explique la stabilité des colloïdes qui ont tendance à se repousser (Bratby, 2016).

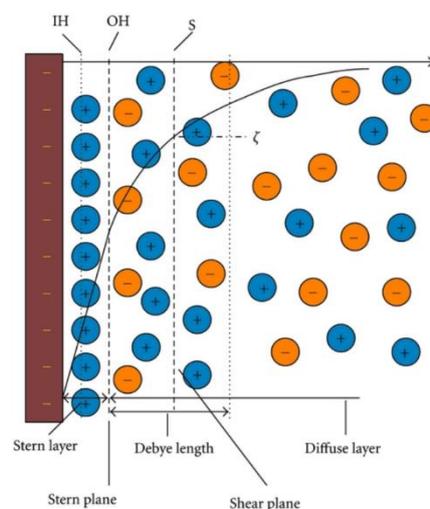


Figure 3 : représentation de la double couche diffuse selon le modèle de Stern (Schoemaker et al., 2012)

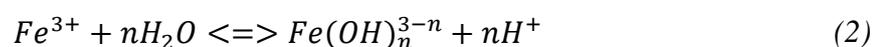
La coagulation vise à déstabiliser les colloïdes en neutralisant cette double couche, permettant leur agglomération et leur séparation grâce à un processus physique. Elle permet également d'agglomérer les particules de tailles supérieures et d'accélérer leur décantation. Les coagulants peuvent être minéraux ou organiques.

1.5.2. Facteurs clés

Plusieurs facteurs impactent l'efficacité de la coagulation :

- Types de coagulants : comme mentionné précédemment, les coagulants peuvent être à base de métaux ou être des polymères. La force d'un coagulant métallique va fortement dépendre de sa valence. Ainsi, en termes de concentration, il faudra 12X plus d'un coagulant divalent que d'un coagulant trivalent. Les coagulants métalliques les plus communs peuvent être à base de fer ($FeCl_3$, $FeSO_4$) ou d'aluminium ($AlSO_4$, $AlCl_3$), bien que le chlorure ferrique reste le coagulant minéral le plus largement utilisé dans le traitement des eaux (Bratby, 2016).
- La dose de coagulant va impacter la qualité de la coagulation. En effet, comme mentionné précédemment, le but de la coagulation est de déstabiliser les particules en suspension afin qu'elles s'agglomèrent et décantent. Il est donc nécessaire d'ajouter la dose adéquate de coagulant : trop peu, les particules ne seront pas déstabilisées, trop, la solution sera restabilisée à cause de l'excès de charge ajouté. La concentration en coagulants joue également un rôle sur la répartition des types d'hydroxydes présents dans la solution (Bratby, 2016; Edeline, 1998).
- Le pH joue un rôle essentiel dans la coagulation, particulièrement en ce qui concerne les coagulants minéraux. En effet, les éléments Fe ou Al s'hydratent (Hydroxyde de fer ou d'aluminium) lorsqu'ils sont en solution. Les formes d'hydroxyde ainsi formées dépendront du pH. Toutes ces espèces ne sont pas adéquates pour la coagulation et le pH impactera donc grandement la qualité de la coagulation (Bratby, 2016; Edeline, 1998).

Il est également notable que le Fe ou l'Al sont des acides de Lewis et que leur réaction d'hydratation relâchera donc des ions hydroniums en solution selon la réaction générale :



- La vitesse et le temps de mélange sont des facteurs importants de la coagulation. En effet, lors de son ajout, le coagulant doit être immédiatement dispersé, ce qui implique des gradients de vitesse élevés. Par la suite, le temps et la vitesse de mélange impacteront la taille et la répartition des floccs.

1.6. Contrôle de l'ajout de coagulant

Le coût d'exploitation du traitement par coagulation primaire chimiquement assistée est principalement dû à l'ajout de coagulant (Aiyuk et al., 2004). Au-delà de son importance pour l'optimisation du processus de coagulation, l'ajustement de la dose de coagulant présente donc des enjeux économiques importants pour l'exploitant. Les jar-tests et les essais en laboratoire sont la première voie d'optimisation et de compréhension de la coagulation (Pivokonský et al., 2022).

Toutefois, les caractéristiques de l'influent sont soumises à d'importantes fluctuations au sein même d'une station. Cela est dû aux variations météorologiques (le réseau d'égouttage wallon est majoritairement unitaire) et aux variations de flux et de charge (Chys et al., 2018). Un contrôle du processus de coagulation est donc nécessaire.

Pour cela, un contrôle in-situ des caractéristiques des eaux doit être envisagé. Concernant les variations de flux, un asservissement au débit est largement pratiqué (Hahn et al., 2004). Cependant, ce contrôle ne prend pas en compte les variations de qualité des eaux usées.

Certaines mesures de paramètres électrocinétiques, comme le potentiel zêta, peuvent donner des informations précises sur le succès de la déstabilisation des particules. Il existe à l'heure actuelle un instrument permettant de prendre cette mesure en ligne. Utilisé comme contrôle pour l'ajout de coagulants, il a permis de réduire l'usage de coagulants sans compromettre la qualité de l'effluent (Sharp and Norris, 2015, cité par Ratnaweera et al., 2015). Toutefois, l'usage de ce type d'appareil rencontre rapidement ses limites dans le cas de petites infrastructures en termes de coût et de complexité (Olsson, 2012).

D'autres mesures in-situ, plus simples et facilement accessibles, peuvent être reliées à la qualité de l'eau usée comme les mesures de pH, température ou conductivité (Ratnaweera & Fettig, 2015). Dans ce travail, la mesure de conductivité sera étudiée comme contrôle de l'ajout de coagulant.

1.7. Séparation liquide/solide

Plusieurs types de phénomènes de séparation existent. Leur utilisation dépendra des caractéristiques des matières à séparer (concentration, densité et tailles des particules). Dans le cas de la séparation primaire chimiquement assistée, la sédimentation floculante, la sédimentation gravitaire accélérée et la flottation (Tchobanoglous et al., 2003) peuvent être envisagées comme méthode de séparation. Cette dernière méthode ne sera pas détaillée ici, celle-ci n'étant pas utilisée dans le pilote étudié.

1.7.1. Sédimentation floculante

La sédimentation floculante ou décantation diffuse est utilisée lorsque la concentration en MES est faible et que les particules floculent grâce aux collisions entre particules générées par la décantation, augmentant leur taille et améliorant la sédimentation (Koller, 2013). La floculation et la sédimentation peuvent être améliorées grâce à l'ajout de coagulant.

A titre d'exemple, il est possible de citer plusieurs ouvrages utilisant cette technique : les fosses septiques/débourbeurs, les fosses Emscher, les décanteurs primaires simples et les décanteurs lamellaires.

Un module de décantation lamellaire (Figure 12) sera intégré dans le pilote de séparation primaire. Dans un décanteur lamellaire, le flux d'eau va du bas vers le haut alors que le flux de boue va du haut vers le bas. Il permet d'améliorer la décantation grâce à la présence de lamelles qui éliminent les motifs de flux instables et les mélanges et augmentent la surface disponible pour la décantation (Tarpagkou & Pantokratoras, 2014).

1.7.2. Sédimentation gravitaire accélérée

Il s'agit d'utiliser la force centrifuge afin de séparer les solides des liquides. L'ouvrage utilisant typiquement cette technologie est l'hydrocyclone (Figure 4). Ce système présente l'avantage de ne pas posséder de pièces mobiles et d'être relativement simple de conception bien que la compréhension et l'étude de ses champs d'écoulement ne le soient pas (Bergström & Vomhoff, 2007).

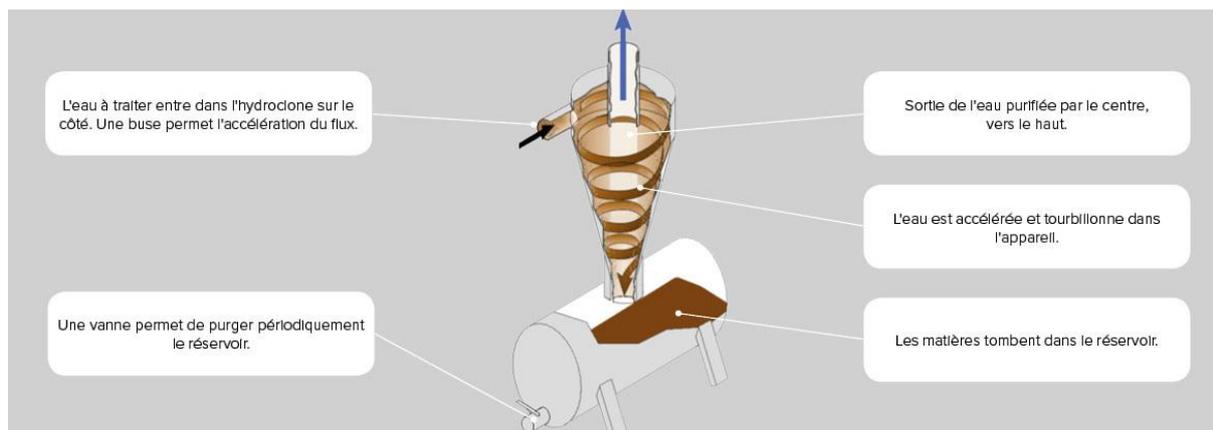


Figure 4 : fonctionnement d'un hydrocyclone (Fonctionnement et applications des hydrocyclones, s. d.)

Le pilote étudié utilisera donc deux ouvrages de séparation : un décanteur lamellaire et un hydrocyclone.

1.8. Réactivation

L'objectif principal de la réactivation, après la coagulation/séparation, est de remonter le potentiel redox de l'effluent avant rejet dans la zone végétalisée (élimination de la septicité). Il s'agit donc d'un petit bassin aéré à court temps de séjour (1 à 4 h) (Boon, 1995). Une élimination supplémentaire de DCO peut également y être envisagée moyennant l'introduction de supports.

La biomasse fixée présente de nombreux avantages par rapport à la biomasse en suspension, particulièrement dans le cadre du traitement des eaux de petites agglomérations. En effet, ce système est plus compact et s'accommode assez bien d'influents peu chargés et de variations de flux (Loupasaki & Diamadopoulos, 2013; Tchobanoglous et al., 2003). De nombreux systèmes utilisent cette technique et permettent de s'adapter aux spécifications locales : lit bactérien, disques biologiques, réacteur à lit fluidisé, réacteur à lit fixe, boues activées à films fixés intégrés sont les noms « communs » donnés aux opérations utilisant la biomasse fixée (Grady & Daigger, 2011). Leurs différences résident dans le système d'aération, les supports, les temps de séjour de l'eau,...

Concernant les supports en particulier, ils conditionnent en grande partie l'adhésion des bactéries et la stabilité du biofilm. Ces supports sont généralement naturel (minéral) ou artificiel (plastique) (Grady & Daigger, 2011; Tchobanoglous et al., 2003). Quelques exemples à base matières organiques (épis de maïs) peuvent être retrouvés dans la littérature à des fins plus particulières (adaptation du ratio C/N) (Le et al., 2016). Ils offrent une diversité importante en

termes de surface spécifique, de taille des ports, d'indice des vides ou encore de rugosité. Ces spécificités impacteront grandement l'efficacité du réacteur.

Le pilote étudié dans ce travail utilisera un réacteur à lit fixe à flux ascendant (Figure 5) (supports plastiques). Malheureusement, en raison de problèmes techniques (voir partie 3.4.1 : mise en service du pilote, page 36).

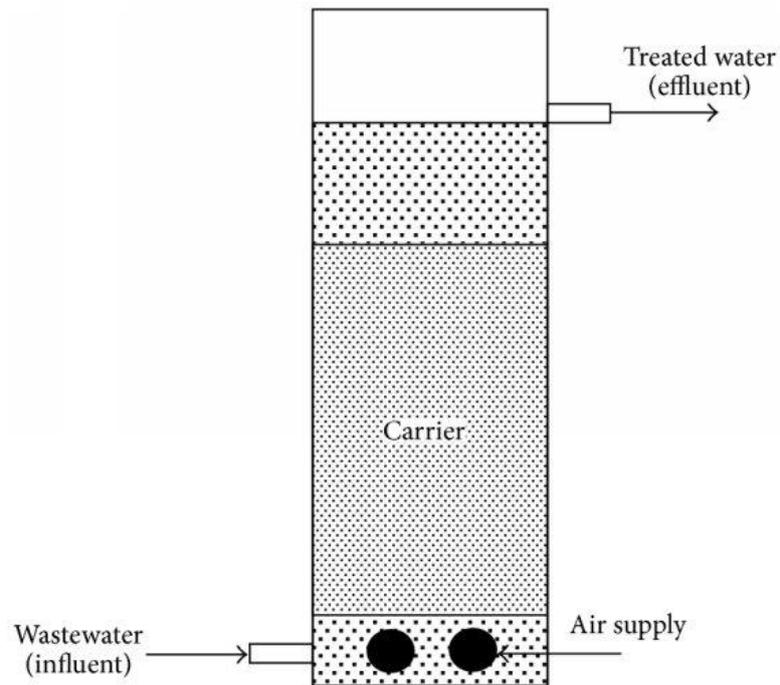


Figure 5 : Schéma d'un réacteur à biomasse fixée submergée (Le et al., 2016)

2. Matériel & Méthode

2.1. Jar-Tests

2.1.1. Eaux traitées

Les eaux étudiées ont été prélevées par les échantillonneurs du Cebedeau dans le cadre de leur travail dans des entreprises agro-alimentaires (pour les jar-tests portant sur les eaux résiduaires industrielles, ERI). Six types d'eau ont été testés dans ce cadre : boulangerie (BL), aliment pour bébé (L), matière grasse (MG), plat préparé (PP) et brasserie (BR).

Des jar-tests ont également été menés sur des ERU. Les eaux provenaient de la station d'épuration d'Embourg. Une partie des résultats de jar-tests utilisés dans ce travail ont été réalisés en juillet 2023 par une stagiaire du Cebedeau (Audrey Lepron, 2023).

2.1.2. Coagulants et flocculants

Coagulants testés :

- FeCl_3 (41%), fourni par le Cebedeau
- $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, fourni par l'Université de Liège
- $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (125 gCa^{2+}/L), fourni par l'AIDE
- 3 coagulants SNF : un polyamine, un polydadmac et un mélange de PAC et de polydadmac

Flocculants testés (uniquement sur l'essai de coagulation-floculation) (SNF) :

- Anionique faible
- Anionique moyen
- Anionique fort

2.1.3. Modalités testées

En ce qui concerne les ERI, seule la coagulation a été testée. Malheureusement, le lait de chaux n'a pas pu être testé sur les eaux BL et L, le réactif n'ayant été disponible qu'après les tests.

En ce qui concerne les ERU, une partie des jar-tests avec chlorure ferrique provenant d'un travail précédent, les mêmes modalités de dose testées (soit 0 – 5 – 10 – 15 – 20 – 25 $\text{mgFe}^{3+}/\text{L}$) ont été gardées pour les jar-tests menés dans ce travail. Le chlorure d'Aluminium a été testé aux mêmes doses (soit 0 – 5 – 10 – 15 – 20 – 25 $\text{mgAl}^{3+}/\text{L}$). Le lait de chaux a lui été testé à des doses 12 fois supérieures (soit 0 – 60 – 120 – 180 – 240 – 300 $\text{mgCa}^{2+}/\text{L}$), le Calcium étant

un ion divalent et nécessitant donc des dosages plus importants que des ions trivalents comme le fer ou l'aluminium (Bratby, 2016). Un essai de coagulation-floculation a également été mené sur ERU.

2.1.4. Pré-tests

Au vu de la quantité d'eau limitée pour les essais sur les ERI, des pré-tests ont été réalisés sur des volumes d'eau réduits dans le but de présélectionner les coagulants et dosages à tester en Jar-tests. Ces pré-tests ont été réalisés sur des volumes de 100ml. Le mélange se faisait grâce à des agitateurs magnétiques. L'appréciation de l'effet de ces coagulants était principalement visuelle (couleur, opacité, vitesse de décantation, volume de boue).

2.1.5. Jar-test – essai de coagulation

Les jar-tests ont été réalisés sur des volumes d'1L (Figure 6). Une agitation rapide à 250 rpm a été maintenue pendant 2 minutes après l'ajout du dernier réactif puis une agitation lente à 40 rpm a été maintenue pendant 15 minutes. Il s'agit de valeurs recommandées par SNF pour ses produits (coagulants).

Après mélange, les floccs ont décanté pendant 6 minutes avant que le surnageant soit récolté. Cette valeur a été choisie afin d'imposer une charge hydraulique de $1.5 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ en tenant compte de la hauteur d'eau présente dans les berlins (15 cm).

Sur ces jar-tests, des mesures de turbidité, de pH, de conductivité et de MES ont été prises de manière systématique. Des mesures additionnelles de DCO soluble et d'orthophosphates ont été réalisées.

2.1.6. Jar-test – essai de coagulation-floculation

Le but de cet essai était la sélection du type de flocculant et de sa dose à utiliser dans le cadre d'essais supplémentaires sur le pilote de séparation primaire. Le coagulant utilisé est le chlorure ferrique. La dose choisie est de $10 \text{ mgFe}^{3+}/\text{L}$.

Des pré-tests ont été réalisés à des doses de flocculant comprises entre 0.1 et 1 mg/L selon les mêmes modalités que durant les essais de coagulation.

Les jar-tests ont été réalisés sur des volumes d'1L. L'ajout de coagulants (chlorure ferrique) a été faite sous agitation rapide (250 rpm) suivi d'un temps de mélange de 2 minutes sous la même agitation. Ensuite, le flocculant a été ajouté sous agitation rapide (250 rpm) maintenue

pendant 10 secondes et suivie d'une agitation lente (40 rpm) pendant 10 minutes. Il s'agit à nouveau des valeurs recommandées par SNF pour ces produits.

Après arrêt de l'agitation, les floccs ont décantés pendant 6 minutes et les surnageants ont été récoltés. Sur ces jar-tests, des mesures de turbidité, de pH, de conductivité et de MES ont été prises de manière systématique. Des mesures additionnelles de DCO soluble et d'orthophosphates ont été réalisées.



Figure 6 : photo du Jar-Test utilisé

2.1.7. Analyses des données

Les jar-tests menés sur ERI n'ont fait l'objet que d'analyses statistiques descriptives. Les jar-tests menés sur ERU avec comme coagulants le chlorure ferrique, ayant été répétés, ont pu être analysés plus précisément. En effet, une analyse de la covariance a pu être menée : la variable dépendante étant la turbidité, la variable explicative, la dose de coagulants ajoutés et les covariables considérées, la turbidité, les MES, la DCO totale, la DCO soluble, le pH et la conductivité d'entrée. Cette analyse a été effectuée grâce au logiciel RStudio suivant les modalités suivantes :

- Vérification de l'hypothèse de linéarité grâce à la création de graphiques en nuage de points et de régression linéaire (utilisation du package *ggplot*) entre les covariables et la variable dépendante et à leur analyse.
- Construction du modèle de l'ancova grâce à la fonction *aov()* du package *stats*.
- Vérification de la multicollinéarité des variables dans le modèle avec la fonction *vif()* du package *regclass*. Si nécessaire, élimination des covariables redondantes et construction d'un nouveau modèle.

- Vérification de l'hypothèse de normalité des résidus grâce au test de Shapiro-Wilk avec la fonction *shapiro.test* du package *stats*.
- Vérification de l'hypothèse d'homogénéité des résidus grâce au test de Levene avec la fonction *leveneTEST()* du package *car*. Dans le cas où cette hypothèse n'est pas vérifiée, la variable dépendante a subi une transformation logarithmique et l'ensemble des étapes précédemment décrites ont été répétées avec la variable transformée.
- En analyses *post-hoc*, le R^2 du modèle a été analysé et un test de Tukey a été réalisé grâce à la fonction *glht()* du package *multcomp*.

Les Jar-Tests menés sur ERU avec d'autres coagulants que le chlorure ferrique ont été également analysés à l'aide de statistiques descriptives uniquement.

2.2. Relation conductivité-MES

La relation entre la conductivité et les MES a été étudiée en rassemblant les résultats des études de dilution du Cebedeau. Ces études consistent à prélever des échantillons d'eaux usées à différents points du réseau d'égout afin d'évaluer l'infiltration d'eau claire parasite en vue de la mise en place d'un système d'assainissement (STEP). Sur ces échantillons, le pH, la conductivité, les MES, la DCO soluble et l'azote (N-NH₄) sont mesurés.

Le logiciel RStudio a été utilisé pour l'ensemble des calculs.

Le jeu de données a été corrigé avec la méthode 1.5 X écart inter-quartile afin d'en écarter les outliers. Suivant cette méthode, les limites inférieure et supérieure ont été calculées selon les équations (3.1) et (3.2).

$$\text{Limite inférieure} = Q1 - 1.5 * EIQ \quad (3.1)$$

$$\text{Limite supérieure} = Q3 + 1.5 * EIQ \quad (3.2)$$

Où Q1 et Q3 sont les premier et troisième quartiles et EIQ est l'écart interquartile.

La corrélation entre les différents paramètres physico-chimiques de l'eau a été étudiée grâce à la fonction *cor()* et la relation linéaire entre les deux variables a été évaluée grâce à la fonction *lm()* (une transformation de variable racine carrée a dû être appliquée afin de respecter les hypothèses de normalité et d'homoscédasticité des résidus). Ensuite la courbe ROC (*receiver operating characteristic*) a été construite pour évaluer différents seuils de conductivité comme classificateur pour les MES dépassant ou non la valeur de 35 mg/L (ce qui est la norme actuelle

de rejet en Wallonie). Ainsi, à chaque valeur de conductivité, la sensibilité (équation 4.1) et la spécificité (équation 4.2) ont été calculées.

$$\text{Sensibilité} = \frac{\text{Vrais positifs}}{\text{Faux positifs} + \text{vrais positifs}} \quad (4.1)$$

$$\text{Spécificité} = \frac{\text{Vrais négatifs}}{\text{Faux négatifs} + \text{vrais négatifs}} \quad (4.2)$$

C'est la fonction *roc()* de la librairie *pROC* qui a été utilisée dans ce but (Robin et al., 2011). Le seuil optimal a ensuite été calculé en optimisant la sensibilité et la spécificité selon la statistique J de Youden (équation 5) en utilisant la fonction *coords()* de la librairie *pROC* (Perkins & Schisterman, 2006).

$$J = \text{spécificité} + \text{sensibilité} - 1 \quad (5)$$

Une partie du jeu de données a été écartée afin d'effectuer une validation. L'ensemble de ce travail a été effectué deux fois : l'une sur des données de conductivité brute, l'autre sur des données de conductivité corrigée avec la conductivité de l'eau de ville (équation 6).

$$\text{Conductivité corrigée} = \text{conductivité brute} - \text{conductivité eau de ville} \quad (6)$$

2.3. Pilote

2.3.1. Localisation

Le pilote étudié a été installé dans la station d'Embourg (50°58'91,6''N, 5°59'02,3''E). Cette station est alimentée par les eaux d'Embourg, de Tilff et d'une partie du Sart-Tilman (dont le CHU) (Figure 7). Les eaux alimentant le pilote ont été pompées après dégrillage.

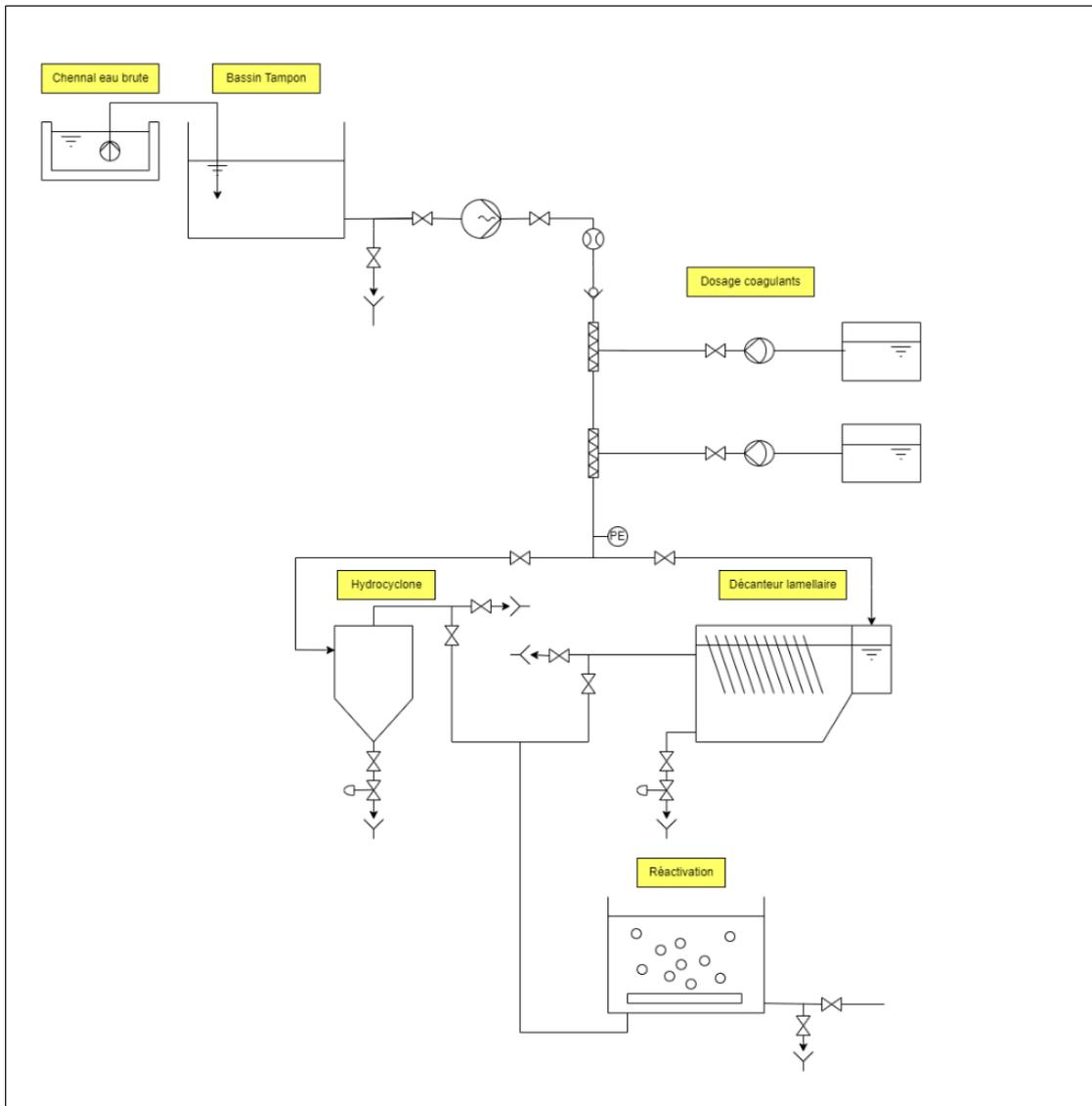


Figure 8 : schéma du pilote

2.3.4. Dosage des coagulants et mélange

L'injection de réactif en ligne se fait grâce à de deux pompes doseuses. Le mélange se fait grâce au passage dans différents coudes (Figure 9). Le diamètre du tuyau est de 50mm.

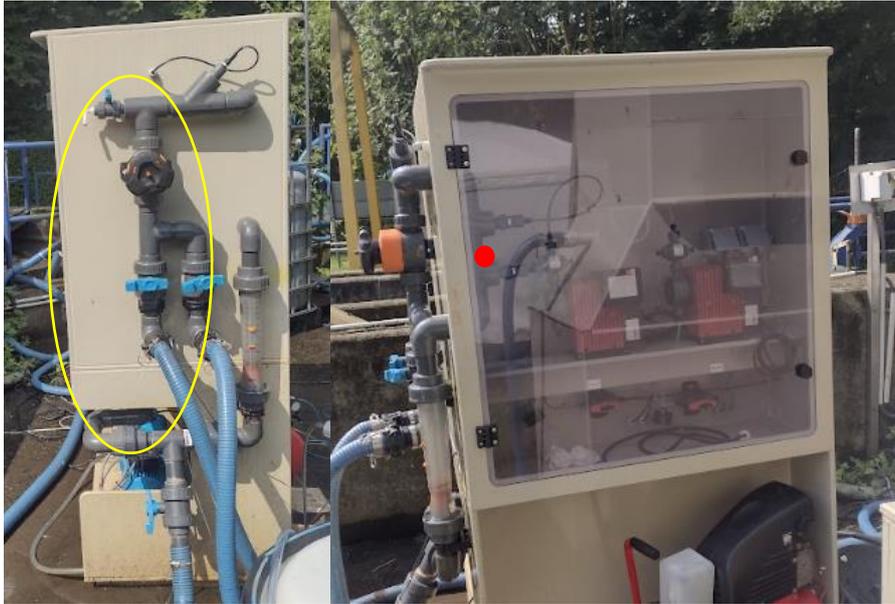


Figure 9 : photos de la zone de d'injection (marquée en rouge) et de mélange (entourée en jaune).

Le dosage des coagulants et l'efficacité du mélange ont été évalués grossièrement. Des échantillons ont été prélevés de manière aléatoire à la sortie du mélangeur (24 échantillons) et à l'entrée de l'hydrocyclone (15 échantillons) afin d'évaluer la variation induite par la méthode d'injection (pompe à membrane, envoi du réactif par pulse). Ces deux essais n'ont pas été effectués au même moment.

Cette évaluation a été menée sur un débit de 5 m³/h. Les pompes sont calibrées sur une injection de 0,22 ml/pulse. Le débit de FeCl₃ (41%) utilisé est 125 ml/min dans le but d'obtenir une concentration de 5 mgFe³⁺/L.

Sur ces séries d'échantillon, la moyenne, l'écart-type (corrige) et le coefficient de variation (CoV) (équation 7) ont été calculés.

$$\text{CoV} = \sigma/v \quad (7)$$

Où *CoV* est le coefficient de variation, σ est l'écart-type de la population et v est la moyenne de la population.

2.3.5. Hydrocyclone

L'hydrocyclone étudié est le modèle HN25 de la marque Hectron (Figure 10). Cet hydrocyclone est en acier inoxydable et fonctionne à des débits compris entre 3 et 8 m³/h. Il permet d'éliminer des particules d'une taille de 100 μm (ou supérieur) pour des sables d'une

densité de 2,5¹. Les pertes de charge sont comprises entre 0,2 et 0,5 Bar (*HN / HNC / Stainless Steel Hydrocyclones*, s. d.).



Figure 10 : Photo de l'hydrocyclone

2.3.6. Décanteur lamellaire

Le décanteur lamellaire (Figure 11) est équipé d'un module de décantation lamellaire en nid d'abeille de la marque ENEXIO (référence : FS 41.84) dont les différentes caractéristiques sont présentées dans le Tableau 3.



¹ Les MES étant n'ont pas la même densité que les sables, cette valeur est principalement à titre indicatif

Figure 11 : photo du décanteur lamellaire

Tableau 3 : caractéristiques du module de décantation lamellaire

Fournisseur	ENEXIO
Type	Nids d'abeille
Référence	FS 41.84
Rayon hydraulique	25 mm
Inclinaison	60°
Longueur	1,062 mm
Largeur	800 mm
Hauteur	700 mm
Surface développée spécifique	6,25 m ² /m ³
Surface développée totale	3.72 m ²
Vitesse de Hazen nominale (équation 8)	1,35 m/h
Vitesse de Hazen max	2,15 m/h
Matériau module	Polypropylène
Poids module	18 kg

$$V_h = \frac{Q}{n * S_L} \quad (8)$$

Où V_h est la vitesse de Hazen (m/s), Q est le débit (m³/s), n est la nombre de lamelle, S_L est la surface élémentaire de chaque lamelle (m²).

2.3.7. Purge des boues

Le débit de sortie se calcule quant à lui grâce à l'équation (9).

$$Q = C_d * v * A \quad (9)$$

Où C_d est le coefficient de décharge, v , la vitesse d'écoulement (m/s) et A , la surface de la section du tuyau (m²).

Si le coefficient de décharge est une fonction du nombre de Reynolds, il peut être considéré comme une constante lorsque le nombre de Reynolds est élevé ($C_d = 0,611$), ce qui est bien le cas ici. En effet, avec des densités comprises entre 1.200 et 1.500 kg/m³ et des viscosités dynamiques comprises entre 0.001 et 0.125 kg/(m*s) (Praveenkumar et al., 2024), le nombre de Reynolds sera compris entre 34.652 et 346.518, ce qui rend l'usage de cette constante

indiqué. Les vannes étant totalement ouvertes lors du fonctionnement, les pertes de charge liées à leur présence seront négligées.

Le débit d'évacuation est donc de 6,9 L/s.

Ne disposant pas des dimensions intérieures du décanteur lamellaire (Figure 12), le volume de la zone de stockage des boues n'a pu qu'être approximé à 0,1 m³.

La fréquence de purge et le temps nécessaire ont donc été calculés sur base du bilan massique et de ces deux paramètres.

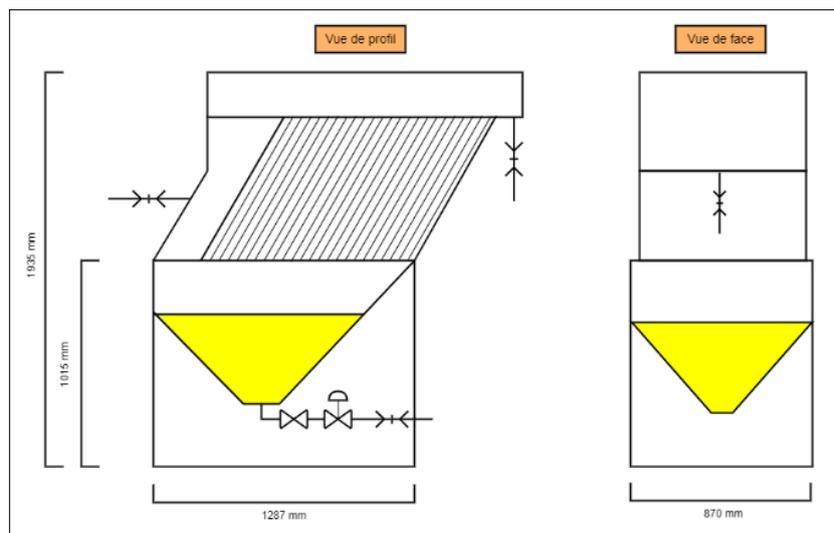


Figure 12 : schéma du décanteur lamellaire. La zone de stockage des boues est en jaune.

2.3.8. Réactivation

La réactivation a été menée dans un IBC d'1 m³. Les supports utilisés proviennent de chez AquaticScience.

2.4. Essais pilote

Dans un premier temps, les performances du pilote ont été étudiées selon deux modalités de débit (5 et 7 m³/h) et quatre modalités de concentration de réactif (0, 5, 10 et 20 mgFe³⁺/L) sur le décanteur lamellaire. Pendant ces essais, la méthode d'échantillonnage était la suivante : 1 L d'eau était prélevée en entrée du pilote, en sortie du décanteur et à la sortie de l'injection de réactif toutes les cinq minutes pendant 45 minutes. Sur ces échantillons, la turbidité, la conductivité et le pH² ont été systématiquement mesurés. Des mesures additionnelles de MES

² Mesuré à titre indicatif, la méthode d'échantillonnage choisie étant inadaptée à l'estimation de la moyenne du pH.

ont été prises sur les échantillons témoins (0 mgFe³⁺/L) et ceux affichant les meilleures performances en termes d'abattement de la turbidité.

Des essais ont également été réalisés sur l'hydrocyclone sur les deux mêmes modalités de débit (5 et 7 m³/h) et sur deux modalités de concentration de réactifs (0 et 5 mgFe³⁺/L). L'échantillonnage et les prises de mesure ont été réalisés de la même manière que pour le décanteur lamellaire. Toutefois, au vu des résultats et du manque de temps entraîné par les différents problèmes rencontrés pendant la mise en service du pilote (voir section « Résultats »), les essais ont été peu poussés pour l'hydrocyclone. Les mêmes mesures de turbidité, de pH et de conductivité ont été systématiquement prises. Des mesures de taille des particules (DLS) ont été prises de manière additionnelle.

Les mesures de MES ont été utilisées afin d'établir une régression linéaire entre les valeurs de turbidité et de MES de l'effluent pour tous les essais.

2.5. Méthodes analytiques

2.5.1. Demande chimique en Oxygène (DCO)

La méthode de mesure de la DCO utilisée est la méthode colorimétrique. Pour se faire, les kits de la marque HACH de 0 à 150 mgO₂/L (Réf : LCI500) et de 100 à 2000 mgO₂/L (Réf : LCK1014) ont été utilisés. Après ajout de la solution à mesurer, les kits sont placés dans un bac de chauffe à 148 °C pendant deux heures. La lecture se fait grâce à un spectrophotomètre HACH. Si les échantillons dépassent de la plage de mesure, ils sont dilués.

Le principe est le suivant : les échantillons sont oxydés par digestion avec le dichromate de potassium et l'acide sulfurique. Du sulfate d'argent est présent comme catalyseur pour les matières organiques les plus réfractaires et du sulfate de mercure est présent pour réduire l'interférence due aux chlorures. La quantité de Cr(III) est mesurée par absorbance à 600 ± 20 nm afin de mesurer la quantité de dichromate utilisé lors de la réaction pour la gamme 100 à 2000 mgO₂/L. L'excès de Cr(VI) est mesurée par absorbance à 440 ± 20 nm pour la gamme 0 à 150 mgO₂/L.

2.5.2. Matière en suspension (MES)

La méthode utilisée pour la mesure des MES est la méthode par filtration sur filtre en fibre de verre et gravimétrie. La solution à mesurer est filtrée à l'aide d'une pompe à vide sur un filtre (préalablement séché à l'étuve) de 1.2 µm. Ce filtre est ensuite placé à l'étuve à 105°C ± 2°C pendant minimum 3 heures puis mis à refroidir dans un dessiccateur et pesé. Les pesées se

font sur une balance analytique précise à 0,1 mg. La concentration en MES finale en mg/L est calculée comme suit :

$$MES = \frac{m_t - m_i}{V} * 1000 \quad (10)$$

Où m_i est le poids (mg) du filtre sec, m_t est le poids (mg) total et V est le volume de solution filtré (ml).

2.5.3. Ortho phosphates (Po)

La mesure des Po se fait par spectrophotométrie. En présence de molybdate de potassium et de tartrate double de potassium et d'antimoine, les Po forment un complexe antimoine-phosphore-molybdate qui est réduit par l'acide ascorbique en un composé fortement bleu. L'absorbance est mesurée à 880 nm et reliée à la concentration en PO₄.

2.5.4. Dosage du Fer

La concentration en fer est mesurée grâce à un spectrophotomètre à absorption atomique PerkinElmer.

2.5.5. Turbidité

La turbidité est mesurée grâce à un turbidimètre portable HACH. Ce turbidimètre utilise la néphélométrie ce qui consiste en la mesure de la lumière diffusée à 90° par rapport à la lumière incidente.

2.5.6. Conductivité et pH

La conductivité et le pH sont mesurés grâce à un multimètre portatif HACH.

2.5.7. Mesure de la taille des particules (DLS)

La taille des particules a été mesurée par diffraction laser grâce au "Delsa Nano C Particle Analyzer" de chez Beckman Coulter. Cette technique repose sur le fait que les petites particules diffractent la lumière à de petits angles et que les grandes particules diffractent la lumière à de grands angles. La gamme de mesure de cet appareil est de 10 nm à 3.500 µm.

3. Résultats

3.1. Jar-tests ERU

3.1.1. Caractéristiques des eaux testées

Les eaux testées affichaient une turbidité comprise entre 45.5 et 971 FNU et des MES comprises entre 95 et 1310 mg/L (Tableau 4). Il est à noter qu'un seul des tests a pu être effectué sur des eaux non diluées au vu de la météo de juillet 2023 (jar-tests réalisés par Audrey Lepron (AL)) et du printemps 2024.

Tableau 4 : Caractéristiques des eaux brutes (ERU) testées

pH	Conductivité (µS/cm)	Turbidité (FNU)	MES (mg/L)	DCO totale (mgO2/L)	DCO soluble (mgO2/L)	Nom de la série
8.03	1275	45.4	95	152	41.7	AL-1
7.94	1085	166	184	319	65	AL-2
7.68	493	339	440	428	36.7	AL-3
7.82	996	671	670	810	65.6	AL-4
7.63	537	971	1310	1216	33.3	AC-1

3.1.2. Chlorure ferrique ($FeCl_3$)

Le traitement permet d'abattre une grande partie de la turbidité et des MES (Figure 13 et Figure 14) avec, sur des eaux très concentrées (série AC-1) des abattements dépassants les 99%. En ce qui concerne l'ANCOVA, seules la turbidité et la DCO soluble de l'eau brute ont été retenus comme covariables. L'ANCOVA montre un effet significatif de la dose (p-valeur = $5,29 * 10^{-8}$). Le test de Tukley montre quant à lui des différences significatives entre l'ajout de coagulants (toutes doses confondues) et le témoin et des différences significatives entre les doses de 5 et 20 mg Fe^{3+} /L et entre les doses de 5 et 25 mg Fe^{3+} /L uniquement. Les autres doses ne montrent pas de différences significatives entre elles. Les résultats des analyses sont similaires pour les MES.

En ce qui concerne l'effet du traitement sur la DCO soluble (Figure 15), seule la covariable DCO soluble de l'eau brute a été retenue. L'ANCOVA (uniquement menée sur les séries réalisées par Audrey Lepron, la cinquième série étant incomplète) n'a pas montré de différence significative avec le témoin bien que la p-valeur soit proche du seuil de significativité (p-valeur = 0,0506). Il est donc possible que le traitement ait un effet léger sur la DCO soluble.

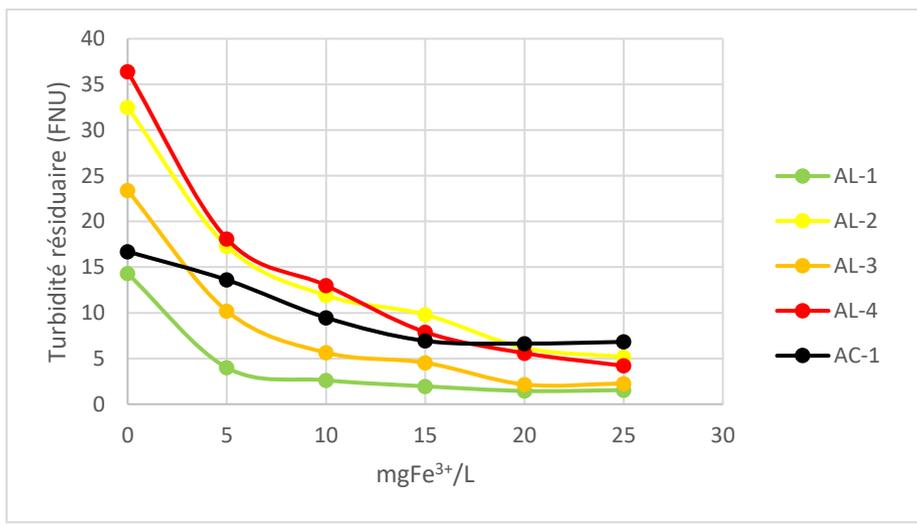


Figure 13 : turbidité résiduaire en fonction de l'ajout de fer

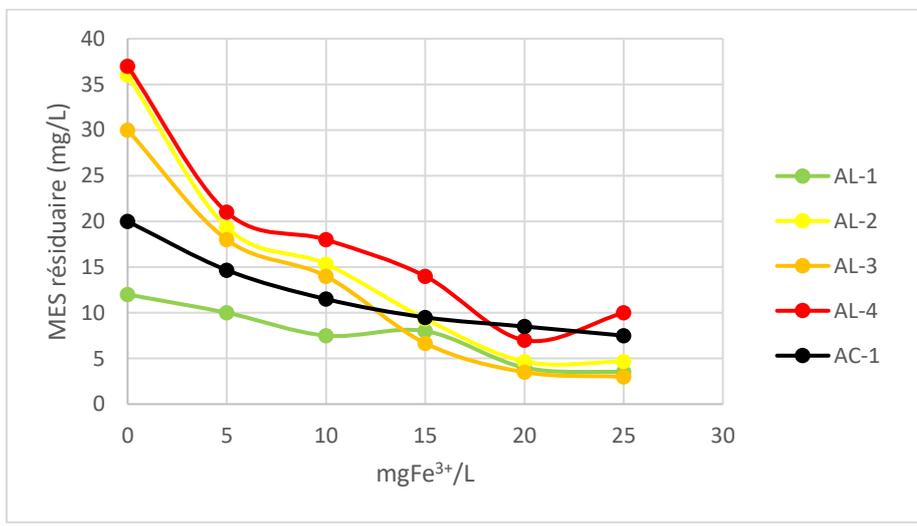


Figure 14 : MES résiduaire en fonction de l'ajout de fer

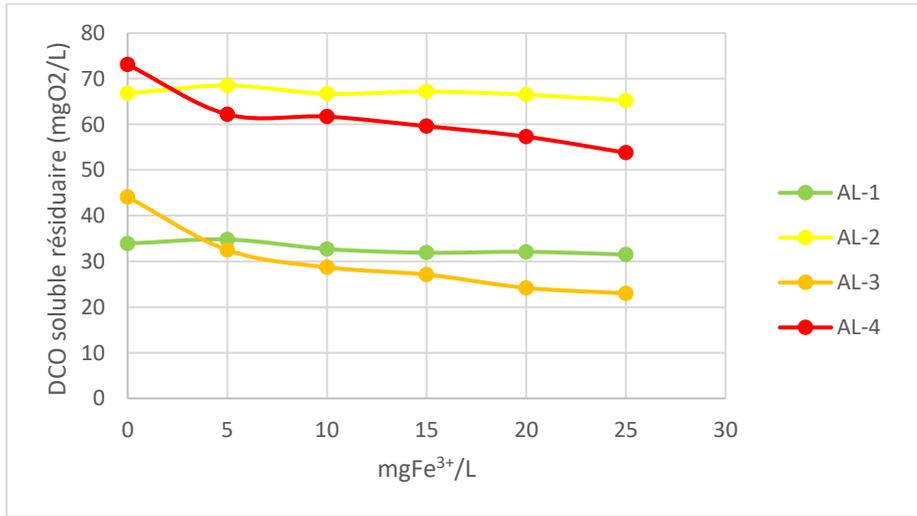


Figure 15 : DCO soluble résiduelle en fonction de l'ajout de fer

3.1.3. Autres coagulants

Le chlorure ferrique montre de meilleures performances que le chlorure d'aluminium. Le chlorure d'aluminium montre les effets du surdosage plus rapidement que le chlorure ferrique (Figure 16).

Le lait de chaux montre de moins bonnes performances que les autres coagulants minéraux (Figure 17). Il augmente la turbidité dans un premier temps avant qu'elle ne diminue. Il a également un effet intéressant sur la conductivité puisqu'il la diminue dans un premier temps avant qu'elle ne réaugmente. Le minimum de conductivité correspond au maximum de turbidité.

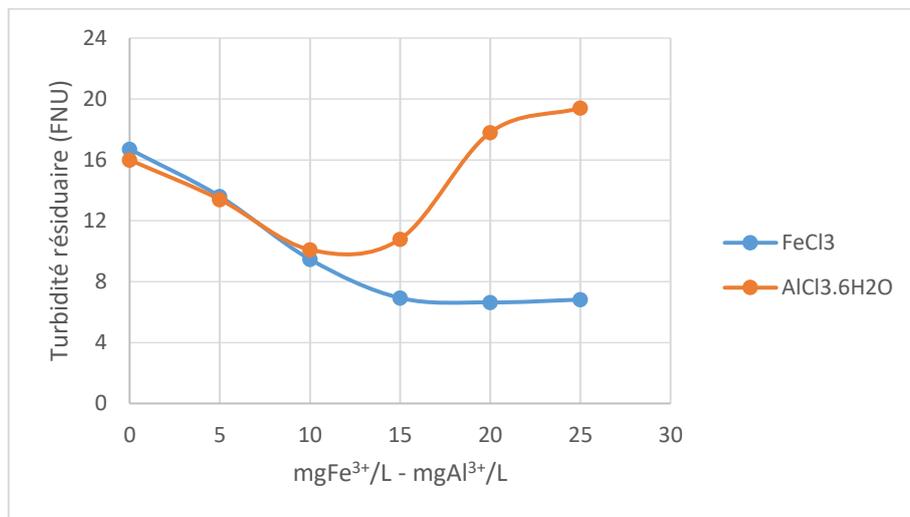


Figure 16 : effet de la dose de chlorure ferrique et de chlorure d'aluminium sur la turbidité des eaux traitées ; jar-tests réalisés sur les eaux de la série AC-1

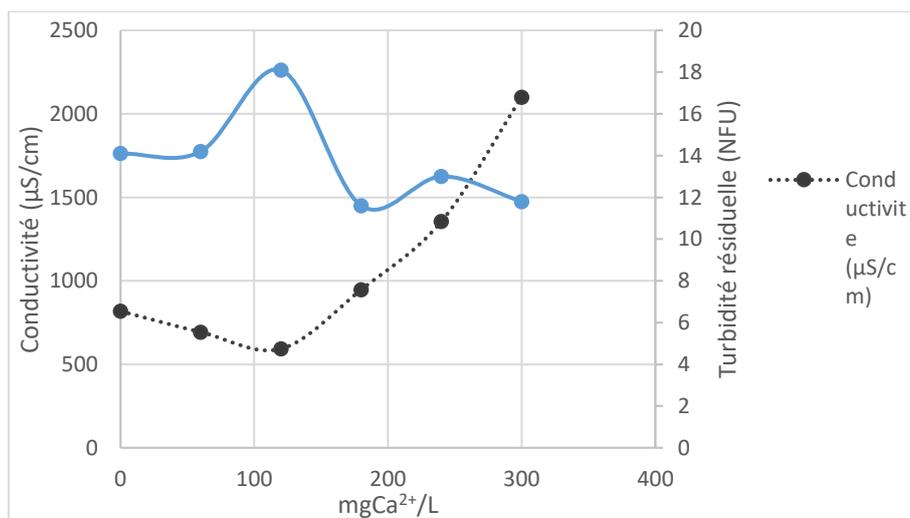


Figure 17 : effet de l'ajout de lait de chaux sur la turbidité et la conductivité des eaux traitées. Jar-test réalisé sur les eaux de la série AC-1

En ce qui concerne la coagulation-floculation, les pré-tests ont permis de sélectionner le floculant anionique moyen comme meilleur floculant à une dose avoisinant 0,5 mg/L. Les jar-tests ont permis de montrer une amélioration de la qualité de l'eau traité avec une turbidité minimale de 4,8 et des MES minimales de 4 mg/L (correspondant à une dose de floculant de 0,72 mg/L). L'effet de surdosage apparaît rapidement.

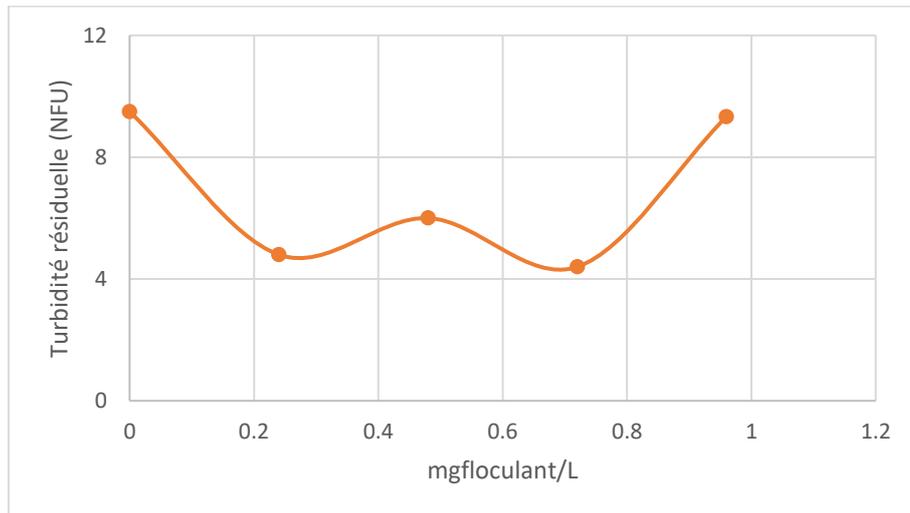


Figure 18 : effet de l'ajout de floculant sur la turbidité des eaux traitées avec ajout de coagulant ($10 \text{ mgFe}^{3+}/\text{L}$). Jar-test réalisé sur les eaux de la série AC-1

3.1.4. Conclusion – doses sélectionnées pour les essais pilote

Les doses de chlorure ferrique utilisée pour les essais pilotes seront donc de 0 – 5 – 10 – 20 $\text{mgFe}^{3+}/\text{L}$. Les doses de 0, 5 et 20 $\text{mgFe}^{3+}/\text{L}$ ont été choisies puisqu'elles montraient des améliorations statistiquement significatives de la turbidité de l'eau et 10 $\text{mgFe}^{3+}/\text{L}$ a été choisie comme dose intermédiaire à tester.

3.2. Jar-test ERI

3.2.1. Caractéristiques des eaux testées

Les eaux testées présentaient des caractéristiques très variables (Tableau 5), que ce soit en termes de matières en suspension (MES), de turbidité, de pH ou de la demande chimique en Oxygène (DCO). Ces eaux étaient issues de divers secteurs de l'agro-alimentaire : boulangerie (BL), aliment pour bébé (L), matière grasse (MG), plat préparé (PP) et brasserie (BR).

Tableau 5 : caractéristiques des 6 eaux brutes testées (ERI) pendant les essais de coagulation

Effluent	pH	Conductivité ($\mu\text{S/cm}$)	Turbidité (FNU)	MES (mg/L)	DCO totale (mgO ₂ /L)	DCO soluble (mgO ₂ /L)
BL	5.4	647	2000	2500	6720	1118
L	4.7	1620	674	530	3160	2250
MG	3.4	981	688	357.5	6030	5290
PP	5.3	2098	825	575	4005	2915
BR	5.9	1700	4375	4000	8000	4900

3.2.2. Pré-tests

Les résultats des pré-tests sont présentés au Tableau 6.

Les premières appréciations suivantes sont retenues (coagulation/séparation) :

- Boulangerie : l'eau garde un aspect laiteux malgré la coagulation. Les coagulants organiques permettent d'en améliorer légèrement la limpidité. Pas d'optimum trouvé pour le chlorure ferrique qui dégrade la couleur de l'eau (sous-dosage probable).
- Aliment pour bébé : Résultats relativement similaires aux eaux de boulangerie.
- Matière grasse : Bon effet du chlorure ferrique. Les coagulants organiques ne permettent pas une bonne décantation des floccs.
- Plat préparé : Bon effet du chlorure ferrique. Pas d'optimum trouvé pour les coagulants organiques.
- Brasserie : bon effet de l'ensemble des coagulants. Production de boue importante.

3.2.3. Jar-tests

A la suite des pré-tests, le chlorure de fer a été testé en Jar-test sur les eaux de MG, de plats préparés et de brasserie. Le polyadmac a été testé sur les eaux de boulangerie et d'aliments pour bébé, le polyamine sur les eaux de boulangerie et le mélange PAC-polyadmac sur les eaux d'aliments pour bébé et de brasserie. Cette sélection est également liée à la quantité d'eau disponible pour les jar-tests et limite la comparaison entre les coagulants à une première analyse.

Tableau 6 : Résumé des pré-tests (ERI)

Effluent	FeCl3		PAC + polydadmac		Polydadmac		Polyamine		Ca(OH)2	
	Dose optimale	Appréciation visuelle	Dose optimale	Appréciation visuelle	Dose optimale	Appréciation visuelle	Dose optimale	Appréciation visuelle	Dose optimale	Appréciation visuelle
BL	/	-	15 µL/L ou moins	+	15 µL/L ou moins	++	50 µL/L	+	NT ³	
L	/	-	250 µL/L	++	100 µL/L	+	50 µL/L	+	NT	
MG	50 mgFe ³⁺ /L	+++	/	Mauvaise décantation	/	Mauvaise décantation	/	Mauvaise décantation	1000 mgCa ²⁺ /L	+++
PP	70 mgFe ³⁺ /L	+++	/	+	/	-	/	-	325 mgCa ²⁺ /L	+
BR	90 mgFe ³⁺ /L	++	300 µL/L	+++	75 µL/L	+++	100 µL/L	++	375 mgCa ²⁺ /L	-

³ Non testé

Tableau 7 : Réactifs testé vs Eaux usées (jar-tests ERI)

Effluent	FeCl3	PAC + polydadmac	Polydadmac	Polyamine	Ca(OH)2
BL					
L					
MG					
PP					
BR					

Les résultats des Jar test, exprimés en termes de performances d'élimination des MES ou de la turbidité sont présentés au Tableau 8 : Résultats des jar-tests ERI (abattement maximum de la turbidité et MES). Les meilleures performances en terme de MES, DCO soluble, DCO totale et orthophosphates résiduaire sont présentés au Tableau 9.

Tableau 8 : Résultats des jar-tests ERI (abattement maximum de la turbidité et MES)

Effluent	Coagulants	Dose	Abattement maximum de la turbidité (%)	Abattement maximum des MES (%)
BL	Témoin	/	88,3	90,3
	Polydadmac	3 µL/L	95,8	97,3
	Polyamine	3 µL/L	95,4	96,4
L	Témoin	/	76,7	72,2
	Polyamine	30 µL/L	93,6	88,5
	PAC + polydadmac	150 µL/L	96,8	93,1
MG	Témoin	/	15,7	34,3
	FeCl3	55 mgFe3+/L	95	84,1
	Ca(OH)2	1000 mgCa2+/L	93,1	84,6
PP	Témoin	/	-8,6	9,6
	FeCl3	70 mgFe3+/L	94,2	81,3
	Ca(OH)2	325 mgCa2+/L	42,7	27,8
BR	Témoin	/	87,1	91,8
	FeCl3	90 mgFe3+/L	97,2	94,9
	PAC + polydadmac	325 µL/L	99,4	98,9

Tableau 9 : MES, DCO soluble, DCO totale (estimation) et ortho phosphate résiduares minimums atteints pendant les essais sur ERI

Effluent	Réactif et dosage	MES (mg/L)	DCO soluble (mgO ₂ /L)	DCO totale (estimation) (mgO ₂ /L)	Orthophosphate (mgP/L)
BL	Témoin	241,5	1363	1880	3,91
	Polydadmac (3 µL/L)	68,3	1371	1517	3,95
L	Témoin	147,5	2330	2583	<0,04
	PAC + polydadmac (150 µL/L)	36,7	2135	2193	<0,04
MG	Témoin	235	5230	5716	3,68
	FeCl ₃ (55 mgFe ³⁺ /L)	56,7	4975	5092	<0,04
PP	Témoin	520	2885	3870	26,307
	FeCl ₃ (70 mgFe ³⁺ /L)	107,5	2685	2889	2,03
BR	Témoin	330	4900	5155	16,0
	PAC+polydadmac (325 µL/L)	43.75	4610	4644	0,915

L'ensemble des coagulants testés ont montré une amélioration, parfois légère, de la turbidité par rapport au témoin. L'effet est particulièrement marqué pour les eaux de MG et de plat préparé pour lequel le témoin montrait un abattement mineur de la turbidité. Le traitement a globalement permis d'atteindre des concentrations en MES résiduares nettement plus faibles que le témoin. Les coagulants à base métaux présentent l'avantage d'éliminer également les ortho-phosphates, ce qui est un avantage pour les eaux dans lesquels ils sont en forte concentration comme les eaux de plats préparés ou de brasserie.

3.3. Relation conductivité-MES

Les données issues des études de dilution présentent une forte variabilité avec des extrêmes supérieurs importants. Les données ont donc été filtrées selon les paramètres MES et conductivité, puisqu'il s'agit des paramètres ciblés par les analyses ultérieures. Pour l'analyse sur conductivité brute, les données présentant des MES supérieures à 440 mg/L et une conductivité supérieure à 3194 µS/cm ont été exclues. Pour l'analyse sur conductivité corrigée, les données présentant des MES supérieures à 400 mg/L et une conductivité supérieure à 2322 µS/cm ont été exclues. L'effet de cette filtration sur le jeu de données est présenté à l'annexe I.

Comme le montre le Tableau 10, les variables les plus fortement corrélées sont les variables MES/DCO soluble et MES/conductivité. Toutefois, ces coefficients de corrélation restent inférieurs à 0,5 ce qui indique une corrélation faible.

Tableau 10 : Matrice de corrélation

	Conductivité eau de ville	Conductivité eau brute	Conductivité corrigée	DCO soluble	NH4	MES
Conductivité eau de ville	1	-0,078	-0,30	-0,066	-0,074	-0,13
Conductivité eau brute	-0,078	1	0,97	0,44	0,13	0,54
Conductivité corrigée	-0,30	0,97	1	0,44	0,14	0,55
DCO soluble	-0,066	0,44	0,44	1	0,091	0,55
NH4	-0,074	0,13	0,14	0,091	1	0,13
MES	0,13	0,54	0,55	0,55	0,13	1

Une transformation racine carrée a été appliquée sur la variable MES après analyse des résidus. En effet, l’histogramme et le graphique quantile-quantile se sont révélés conformes aux hypothèses après transformation de variable.

La corrélation faible est confirmée par l’étude du modèle de régression linéaire (Figure 19 et Figure 20). En effet, bien que le coefficient présente une p-valeur inférieure à 0,001 et soit donc hautement significatif, seulement 37% de la variation des MES est expliquée par la conductivité (corrigée).

La courbe ROC construite en faisant varier le seuil de conductivité comme classificateur des MES est présentée à la Figure 21 et à la Figure 22. Celle-ci présente une forme éloignée de la diagonale : taux de faux positifs = taux de faux négatifs. Pour la conductivité brute, l’aire sous la courbe (AUC-ROC) est de 0,876 ce qui présente la conductivité brute comme un bon classificateur. Au point optimal, le seuil de conductivité brute identifié est de 1081 $\mu\text{S}/\text{cm}$ les valeurs de sensibilité et de spécificité sont respectivement de 0,825 et de 0,872. Pour la conductivité corrigée, l’aire sous la courbe (AUC-ROC) est de 0,887. Au point optimal, le seuil de conductivité corrigée identifié est de 322 $\mu\text{S}/\text{cm}$ les valeurs de sensibilité et de spécificité sont respectivement de 0,830 et de 0,846.

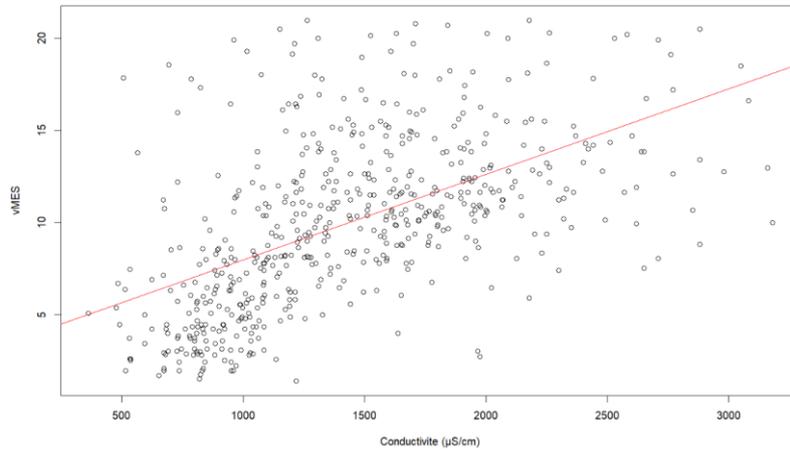


Figure 19 : modèle de régression linéaire adapté aux données de conductivité brute ($\mu\text{S/cm}$) et de la racine carrée des MES. L'équation de la droite de régression est : $\sqrt{\text{MES}} = 3,35 + 0,00463 * \text{conductivité}$ et le R^2 est de 0,29

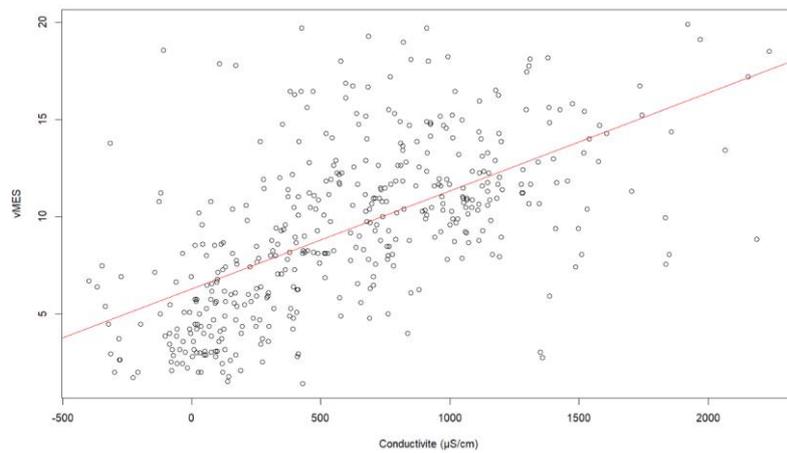


Figure 20 : modèle de régression linéaire adapté aux données de conductivité corrigée ($\mu\text{S/cm}$) et de MES (mg/L). L'équation de la droite de régression est : $\sqrt{\text{MES}} = 6,28 + 0,00504 * \text{conductivité}$ et le R^2 est de 0,37

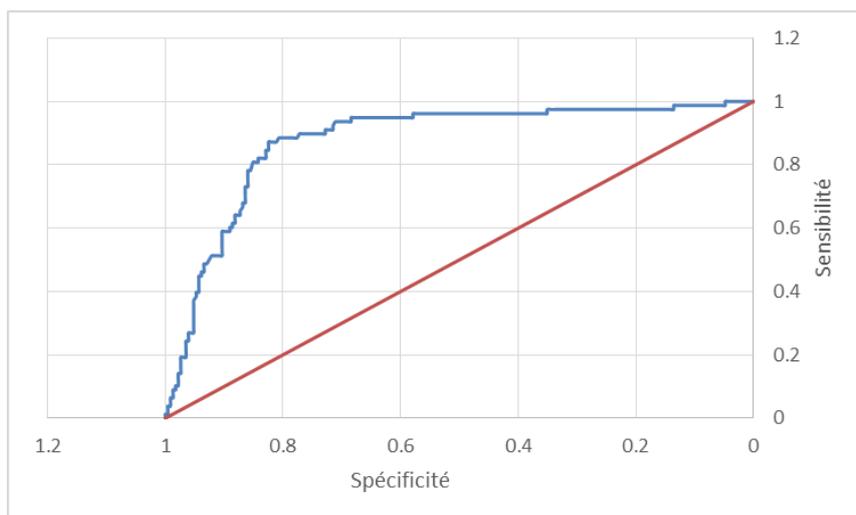


Figure 21 : courbe ROC (en bleu) présentant l'efficacité de la conductivité brute comme classificateur de la concentration en MES

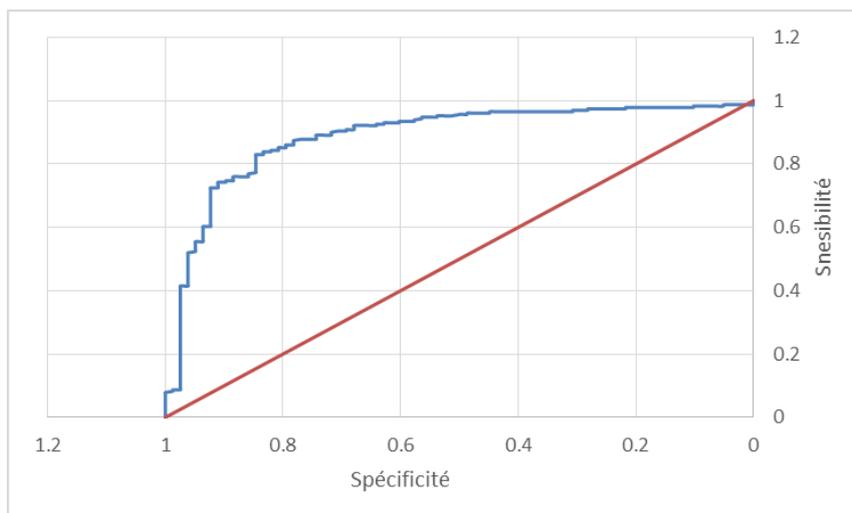


Figure 22 : courbe ROC (en bleu) présentant l'efficacité de la conductivité corrigée comme classificateur de la concentration en MES

Une validation croisée a été utilisée pour analyser les performances du seuil de conductivité comme classificateur (Tableau 11 et Tableau 12). Dans l'ensemble, le modèle affiche de bonnes performances à l'exception du NPV qui affiche une valeur plutôt faible. Ceci indique également un taux de faux négatifs importants (25 et 35% pour la conductivité brute et corrigée, respectivement).

Tableau 11 : résultats de la validation croisée menée sur le modèle ROC utilisant la conductivité brute comme classificateur de la concentration en MES

	Positifs prédits	Négatifs prédits	Total	
Positifs mesurés	89	9	98	Sensibilité : 0,91
Négatifs mesurés	6	27	33	Spécificité : 0,82
Total	95	38	131	
	Valeur prédictive positive (PPV) : 0,94	Valeur prédictive négative (NPV) : 0,75		Précision : 0,89

Tableau 12 : résultats de la validation croisée menée sur le modèle ROC utilisant la conductivité corrigée comme classificateur de la concentration en MES

	Positifs prédits	Négatifs prédits	Total	
Positifs mesurés	83	15	98	Sensibilité : 0,85
Négatifs mesurés	5	28	33	Spécificité : 0,85
Total	88	43	131	
	Valeur prédictive positive (PPV) : 0,94	Valeur prédictive négative (NPV) : 0,65		Précision : 0,85

3.4. Essai pilote

3.4.1. Mise en service du pilote

Une série de problèmes ont malheureusement été rencontrés pendant la mise en service du pilote et sont listés dans le Tableau 13. Ces difficultés ont été en majorité résolues grâce à l'expertise de M. Bastien Schoonbroodt, technicien chimiste au Cebedeau.

Tableau 13 : liste des problèmes rencontrés lors de la mise en service du pilote de séparation primaire.

Niveaux de pilote défectueux	Problématiques	Solutions proposées
Pompe d'alimentation de la cuve tampon	Première pompe envisagée défectueuse	Remplacement par une pompe vide-cave disponible au Cebedeau.
	Pompe surdimensionnée par rapport aux besoins du pilote. Chenal d'alimentation du dessableur peu profond et pompe non ventilée : surchauffe de la pompe vide-cave	Mise en place d'un by-pass sur le tuyau de sortie de la pompe vide-cave et utilisation de ce by-pass comme système de refroidissement de la pompe.
	Alimentation discontinuée du chenal du dessableur	Utilisation d'un flotteur.
	Défection du flotteur	Remplacement de la pompe (partie pour réparation) par une pompe du même type. Cette pompe a été

		placée à l'entrée du dessableur pour être complètement immergée.
Pompe d'alimentation du pilote et anti-retour	Colmatage entraînant une surpression et la rupture du filet (sortie de la pompe)	Utilisation de la pompe d'alimentation de la cuve tampon comme alimentation du pilote en attendant le remplacement de la pompe initiale par une pompe à disque ouvert, plus adaptée au traitement des eaux usées. Suppression de l'anti-retour. Système de protection (crépine) envisagé au niveau de l'IBC tampon.
Pompes de réactifs	Mauvaise communication avec l'automate du pilote	Problème résolu par le fournisseur du pilote grâce au remplacement des pompes et l'adaptation du programme de l'automate. En attendant ces réparations : usage des pompes de réactifs en mode manuel.
Décanteur lamellaire	Purge automatique inactive Goulotte détachée	Usage de la purge en mode manuel en attendant l'adaptation du programme de l'automate par le fournisseur du pilote. Fixation renforcée grâce à des serre-joints
Rotamètre	Encrassage entraînant une mauvaise lecture du débit	Mesure de concentration en Fe (coagulant) ajouté comme vérificateur. Ces mesures ont été prises pendant les essais menés avec la pompe vide-cave comme pompe d'alimentation du pilote et pendant les premiers essais menés avec la nouvelle pompe d'alimentation du pilote. Vérification du débit par mesure volumétrique.
Vanne de réglage du débit	Nouvelle pompe plus puissante entraînant une nécessité de réduire fortement le débit grâce à la valve et, <i>in fine</i> , son colmatage	Utilisation d'une vanne à boule installée en aval comme réglage du débit. Celle-ci est moins sujette au colmatage mais également moins précise.

3.4.2. Efficacité du mélange

Les moyennes, écart-types et coefficients de variation calculés sur les résultats de concentration en fer sont présentés au Tableau 14. Il est notable que les concentrations moyennes

mesurées sont toutes les deux supérieures à la concentration théorique. Toutefois, l'amélioration du coefficient de variation (CoV) est notable bien que cet indice reste supérieur à 0,05, indiquant un mélange assez médiocre, un CoV inférieur à 0,05 étant idéalement requis (Hosseini et al., 2019).

Tableau 14 : résultats des mesures de la concentration en Fer mesurée en sortie de mélangeur et en entrée d'hydrocyclone

	Moyenne	Intervalle de confiance de la moyenne (95% de certitude)	Ecart-type	Coefficient de variation
Mélangeur	5,92	1,02 – 10,82	3,97	0,67
Hydrocyclone	6,80	6,25 – 7,35	1,05	0,15

3.4.3. Ajout de Fer

Concernant la précision de l'ajout de coagulant, un essai se démarque particulièrement et a dû être écarté. En ce qui concerne les autres essais, les erreurs calculées sont importantes (allant de -65,4% à 48,8%), et semblent augmenter après le remplacement de la pompe. Sur l'ensemble des essais réalisé avec la pompe vide-cave (excepté l'essai écarté), la moyenne de la concentration en Fer et de l'erreur sont de -0,439 mgFe³⁺/L et de -7,43%. Sur l'ensemble des essais réalisé avec la pompe à disque ouvert, la moyenne de la concentration en Fer et de l'erreur sont de 2,27 mgFe³⁺/L et de 38,3 %. Pour la suite des analyses, les essais menés avec la pompe vide-cave seront donc présentés séparément.

3.4.4. Hydrocyclone

Les résultats des essais sur hydrocyclone n'ont pas permis de constater d'effet de l'hydrocyclone sur la turbidité.

Au vu des résultats obtenus pendant ces premiers tests, une étude de la taille des particules présentes dans l'eau s'est avérée intéressante. Ces résultats sont présentés dans les Figure 23 à Figure 26. Dans les deux cas, les différentes populations de taille des particules identifiées sur l'eau d'entrée montrent un pic à 50 µm. Après passage dans l'hydrocyclone, que ce soit à un débit de 5 ou 7 m³/h, l'apparition d'une population de particules plus petites (<1000 nm) peut être constatée.

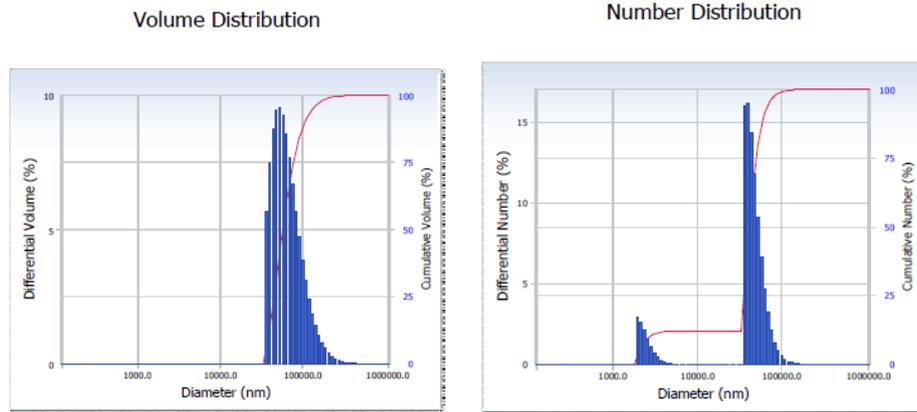


Figure 23 : Distribution de la taille des particules avant traitement (essai à $5 \text{ m}^3/\text{h}$) selon le volume et le nombre de particules. Selon la distribution en fonction du nombre de particules, les moyennes des deux pics visibles sont de $2.510,3 \pm 565,2$ et de $49.812 \pm 14.525 \text{ nm}$

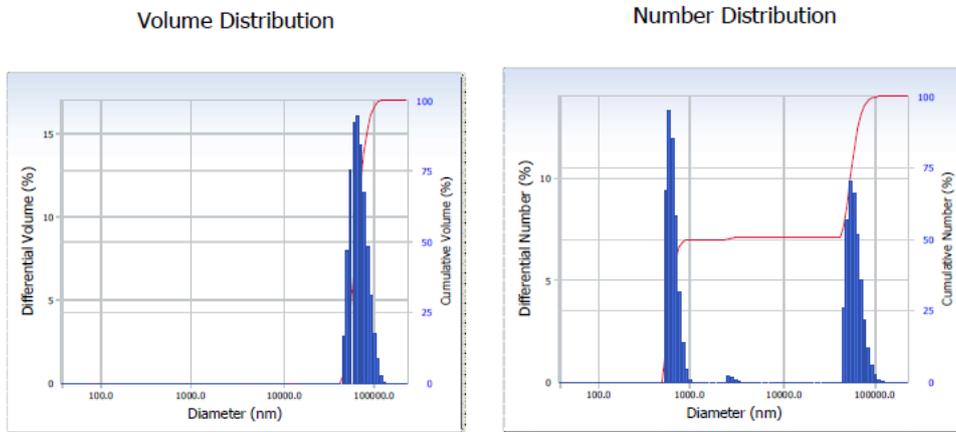


Figure 24 : Distribution de la taille des particules après traitement (essai à $5 \text{ m}^3/\text{h}$) selon le volume et le nombre de particules. Selon la distribution en fonction du nombre de particules, les moyennes des trois pics visibles sont de $657,7 \pm 88,2$, de $2.889,2 \pm 238,1$ et $64.048 \pm 12.089 \text{ nm}$

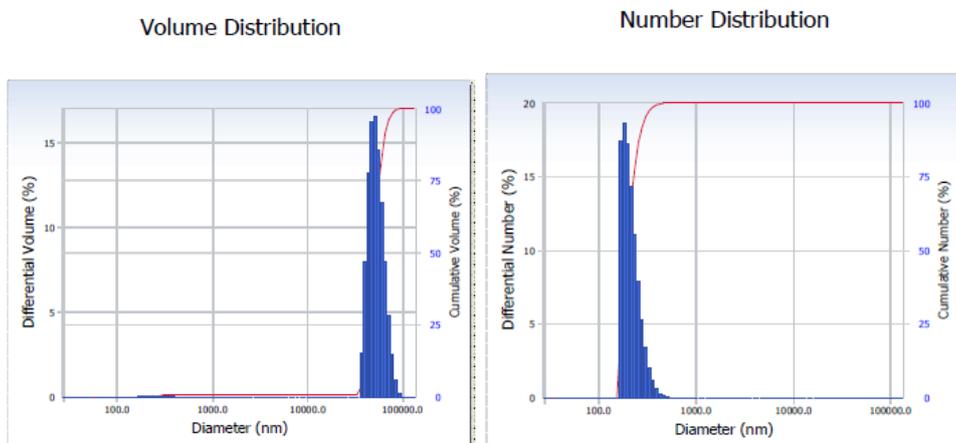


Figure 25 : Distribution de la taille des particules avant traitement (essai à $7 \text{ m}^3/\text{h}$) selon le volume et le nombre de particules. Selon la distribution en fonction du nombre de particules, les moyennes des trois pics visibles sont de $229,6 \pm 88,2$ et $48.776 \pm 8.605 \text{ nm}$

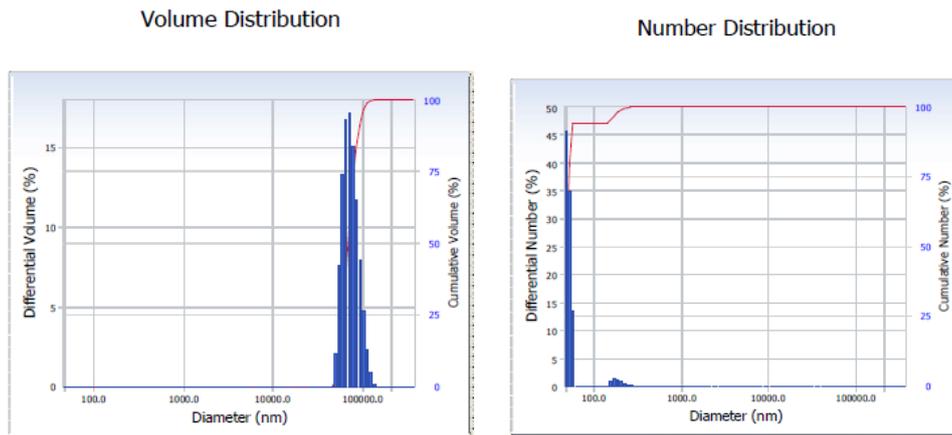


Figure 26 : Distribution de la taille des particules après traitement (essai à $7 \text{ m}^3/\text{h}$) selon le volume et le nombre de particules. Selon la distribution en fonction du nombre de particules, les moyennes des quatre pics visibles sont de $53,2 \pm 3,5$, de $198,2 \pm 32,7$, de 978 ± 176 et $70.879 \pm 12.966 \text{ nm}$

3.4.5. Décanteur lamellaire

Quelques observations générales peuvent être tirées de ces essais. Les meilleurs résultats sont obtenus à une concentration de $20 \text{ mgFe}^{3+}/\text{L}$. Les derniers essais menés à $10 \text{ mgFe}^{3+}/\text{L}$ ont également été prometteurs avec une turbidité résiduaire de 15 FNU. Le nombre d'essais menés à cette concentration et à $5 \text{ m}^3/\text{h}$ ne permet pas d'évaluer l'impact du débit sur l'efficacité du traitement. De manière générale, l'usage croissant de réactif permet d'améliorer la qualité de l'effluent.

Le coefficient de corrélation entre la turbidité et la concentration en MES de l'effluent n'était que de 0,511. Une régression linéaire a été établie entre ces deux paramètres afin d'estimer les MES en sortie pour l'ensemble des tests. Ces régressions sont présentées dans l'annexe II.

Le RMSE calculé entre l'estimation des MES de l'effluent et les MES mesurée est de 43,8 mg/L. Les prédictions ont tendance à être surestimées lorsque les MES sont faibles ($<101 \text{ mg/L}$) et sous-estimées lorsqu'elles sont fortes. Le pourcentage de surestimation est de 70 %. Les régressions calculées entre la turbidité et les MES et entre les différents abattements sont présentés à l'annexe II ainsi qu'un graphique de la dispersion des MES de l'effluent mesurées et estimées.

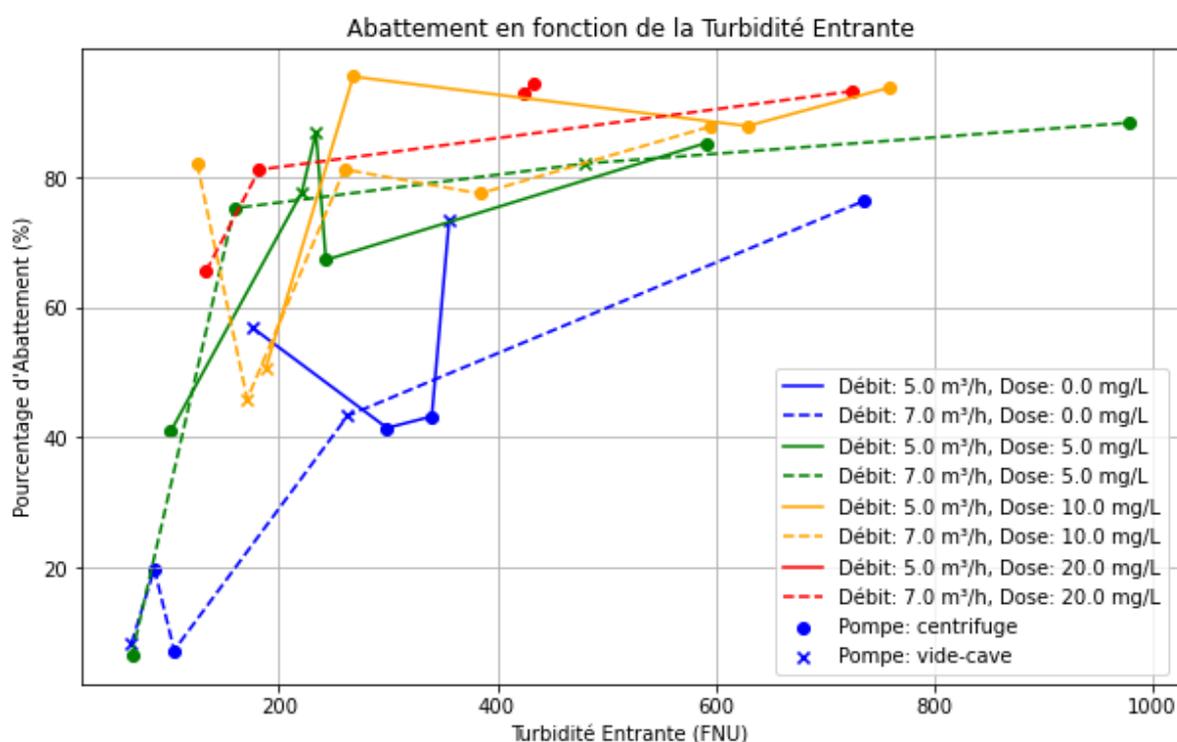


Figure 27 : essais menés sur le décanteur lamellaire. Abatement de la turbidité en fonction de la turbidité d'entrée. En traits pleins, les essais menés à 5 m³/h, en traits pointillés, ceux menés à 7 m³/h. En bleu, les essais témoin (0 mgFe³⁺/L), en vert, les essais à 5 mgFe³⁺/L, en orange, les essais à 10 mgFe³⁺/L et en brun, ceux à 20 mgFe³⁺/L. Les mesures faites avec la pompe vide-cave sont représentées avec une croix, celle avec la pompe disque ouvert, avec un point

Tableau 15 : turbidité résiduaire (FNU) – Essais menés sur décanteur lamellaire avec la pompe à disque ouvert

[mgFe ³⁺ /L] (théorique)	5 m ³ /h		7 m ³ /h	
	Turbidité (FNU)	MES (estimations) (mg/L)	Turbidité (FNU)	MES (estimations) (mg/L)
0	134 ± 58,3	125 ± 39,8	110 ± 50,1	127 ± 32,8
5	75,5 ± 14,3	89,7 ± 11,5	71,5 ± 38,4	98,6 ± 43,6
10	45,3 ± 32,1	74,4 ± 33,6	57,6 ± 28,1	72,1 ± 26,3
20	27,1 ± 3,9	53,7 ± 3,9	43,2 ± 7,9	66,5 ± 14,4

3.4.6. Bilan massique – Décanteur lamellaire

Un des essais a présenté un problème d'ajout de réactifs, la modalité débit 5 m³/h et 20 mgFe³⁺/L n'a donc pas été étudiée. Comme pour la turbidité, la concentration en MES baisse avec l'ajout croissant de réactifs. Il est également notable que la concentration des boues diminue avec l'ajout de réactif (Tableau 16).

Tableau 16 : bilan massique réalisé en temps sec

Débit (m ³ /h)	[mgFe ³⁺ /L] (théorique)	MES in (mg/L)	MES out (mg/L)	MES boue (mg/L)
5	0	380	148	13,7
5	5	553	100	8,5
5	10	700	224	5,77
7	0	760	188	6,57
7	5	1050	152	5,97
7	10	410	116	4,87
7	20	830	64	3,7

3.4.7. Calibration de la purge de boue

Le temps nécessaire pour vider le stock de boue étant de 15 secondes (valeur arrondie), la production de boue par heure de fonctionnement et la fréquence d'ouverture de la vanne ont été calculées sur base des données du bilan massique et sont présentés au Tableau 17.

Tableau 17 : production de boue et fréquence d'ouverture de la vanne pour les différentes modalités testées pendant les essais pilotes sur le décanteur lamellaire

Débit (m ³ /h)	[mgFe ³⁺ /L] (théorique)	Production de boue (L/h)	Fréquence d'ouverture (h ⁻¹)	Période (min)
5	0	85	0,89	67,1
5	5	267	2,82	21,3
5	10	413	4,36	13,8
7	0	610	3,14	19,1
7	5	1.054	6,44	9,32
7	10	423	11,1	5,39
7	20	1.450	15,3	3,92

3.4.8. Ajout de flocculant

Malheureusement, un seul essai a pu être réalisé avec l'ajout de flocculant (anionique moyen) à 0.25 mg/L comme aide à la coagulation avec le chlorure ferrique à 10 mgFe³⁺/L. Cet essai s'est montré prometteur avec une turbidité résiduaire de 15,7 FNU (turbidité entrante : 577 FNU, abattement de la turbidité : 97,3 %).

4. Discussion

4.1. Choix du coagulant

Si l'effet de certains coagulants sur certaines eaux n'a pas été constaté, la plage de pH et de dosage étudiée peut être un facteur important, notamment pour les coagulants organiques pour lesquels ces informations étaient peu disponibles au début des essais. De la même manière, l'absence d'effet du chlorure ferrique sur les eaux de boulangerie et d'aliments pour bébé est probablement liée à un sous-dosage du coagulant.

4.1.1. Coagulants minéraux

Si le chlorure ferrique est régulièrement utilisé dans le cadre du traitement des eaux, d'autres coagulants peuvent être utilisés et ont été testés dans le cadre de ce travail. En ce qui concerne les ERU, le chlorure d'aluminium a montré des performances moindres et des signes d'un surdosage rapidement. La masse molaire de l'aluminium est inférieure à celle du fer, il est donc probable qu'il soit nécessaire d'en utiliser moins. Toutefois, la gamme testée et l'abattement de turbidité constaté ne laisse pas présager que des doses inférieures soient plus efficaces. Sur ce point, le chlorure ferrique reste donc plus intéressant.

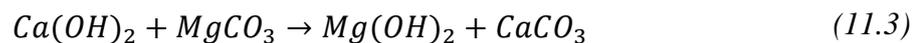
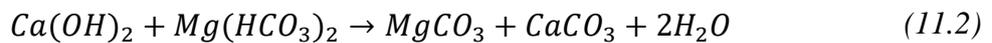
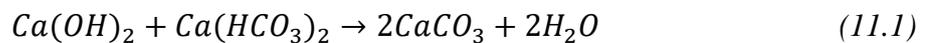
De plus, l'aluminium est un métal difficile à traiter à la fois en termes de concentration résiduaire dans l'eau traitée et dans les boues. En effet, dans le cas où un traitement biologique (type bio méthanisation par exemple) est envisagé comme post-traitement des boues, l'effet inhibiteur de l'aluminium sur l'activité méthanogène spécifique des bactéries méthanogènes et acétogènes diminue la production de biogaz (Cabirol et al., 2003).

Enfin, si le chlorure ferrique est produit à base de déchets (*Production Du Chlorure Ferrique*, z.d.) et reste donc accessible d'un point de vue financier, ce n'est pas nécessairement le cas du chlorure d'aluminium. Le chlorure ferrique est plus intéressant d'un point de vue économique, ce qui est également relaté dans la bibliographie (Abdel-Fatah et al., 2021)

Sur tous ces points, le chlorure ferrique semble donc le plus indiqué. Quelques précautions restent d'usage concernant l'utilisation de ce type de produits chimiques. En effet, le chlorure ferrique est un produit chimique corrosif et est à l'origine d'accidents industriels dans le traitement des eaux. Ces accidents sont principalement dus à des fuites ou à des mélanges incompatibles (Dire Rhône Alpes, 2020).

Le lait de chaux, bien que n'ayant pas montré de bonnes performances, a des effets intéressants sur l'eau. En effet, il est régulièrement utilisé afin d'éliminer la dureté (calcium et

magnésium) contenues dans certaines eaux. L'hydrogénocarbonate de calcium précipite en carbonate de calcium selon l'équation (11.1) et l'hydrogénocarbonate de magnésium précipite en oxyde magnésium selon les équations (11.2) et (11.3). Ceci explique la diminution de conductivité observée lors du jar-test. Il serait intéressant d'étudier ses effets sur pilote, certaines études ayant montré qu'il pouvait être utilisé de manière efficace seul ou en combinaison avec le chlorure ferrique (Cavagnaro et al., 1978; Ismail et al., 2012; Marani et al., 2004). Outre la propriété précédemment décrite, il présente des effets intéressants sur la boue (augmentation de sa densité et diminution du volume) (Clark & Stephenson, 1998; Marani et al., 2004; Meric et al., 2002) et sur l'élimination des microorganismes (Cavagnaro et al., 1978; Meric et al., 2002).



4.1.2. Coagulants organiques

Les tests menés avec des coagulants organiques sur ERU n'ont pas été concluants et n'ont donc pas été présentés dans les résultats. Le memento technique de Degrémont (2005) ne recommande d'ailleurs pas ce type de coagulants pour les ERU.

A contrario, certains essais menés avec des coagulants organiques (eaux provenant d'industries produisant des produits de boulangerie et d'aliments pour bébé) ont montré des effets intéressants à de très faibles concentrations de polymères (<3 µL/L). Malheureusement, ces coagulants n'ont pas d'effet sur les Po. Toutefois, les eaux concernées (boulangerie et aliments pour bébé) ne présentaient pas des quantités importantes de Po. Dans ce cas, l'usage de polymère paraît particulièrement intéressant sur ce type d'eau.

Pendant son stage, Audrey Lepron avait également testé d'autres types de coagulants organiques (chitosan et tanins) sur ERU. Ses essais n'avaient pas été concluants en ce qui concerne le chitosan mais avait montré une bonne efficacité de certains tanins (abattement de la turbidité et des MES > 99%) à de faibles doses (0.2 ppm). L'usage de tanins paraît prometteur dans la bibliographie également (Sánchez-Martín et al., 2010; Tomasi et al., 2022).

4.2. Pilote

4.2.1. Limites des essais

Au vu des difficultés liées à la mise en service du pilote, il est probable que certains essais aient pu être impactés et présentent des problèmes de reproductibilité. Si certains essais ont pu être facilement écartés, il est possible que d'autres n'aient pas pu être identifiés. De plus, le retard induit par ces difficultés n'a permis de réaliser qu'un nombre limité d'essais. Ainsi, les résultats présentés dans ce travail doivent être interprétés avec réserve.

4.2.2. Ajout du coagulant

Les mesures de fer ont montré une imprécision importante autour de la dose de coagulant ajoutée. Cette imprécision se manifeste à la fois au niveau de la variation de concentration de fer au sein de la conduite (évaluée grâce au CoV) et au niveau de la concentration moyenne de fer.

Concernant la variation de fer au sein de la conduite, elle est principalement due au mode d'ajout de réactif (par pulse). Plusieurs points peuvent être soulignés à ce sujet :

- L'évaluation menée dans ce cadre est restée sommaire. En effet, seule une modalité de concentration ($5 \text{ mgFe}^{3+}/\text{L}$) et de débit ($5 \text{ m}^3/\text{h}$) a été évaluée. Cette modalité a été choisie comme représentant le « pire » cas du point du mélange. En effet, plus la concentration est faible, plus le nombre de pulse par minute est faible (la quantité de réactif injecté par pulse n'est pas modulable). Dans le cas de cette modalité, le nombre de pulse par minute était de 9,47 ou 1 pulse toutes les 6,34 secondes.
- Ce premier essai a pu mettre en évidence l'absence d'homogénéité du mélange. Toutefois, ce mélange s'améliorait avec la longueur de tuyau et donc avec le temps de mélange. Dans le cas du pilote, le tuyau faisait 10 m. La vitesse de fluide à $5 \text{ m}^3/\text{h}$ était donc de $0,707 \text{ m/s}$ pour un temps de mélange (dans le tuyau) de 14.1 s. Le temps de mélange diminuant avec le débit, il est envisageable que le mélange du fluide à $7 \text{ m}^3/\text{h}$ en soit impacté (temps de mélange = 10.1 s).
- Le décanteur lamellaire disposait également d'une zone de détente. Cette zone a pour effet, outre celui d'égaliser les pressions et de réduire la turbulence dans le décanteur, d'homogénéiser le fluide. Il est donc probable que le mélange soit complet suite au passage dans la zone de détente.

Concernant la variation de la moyenne de la concentration de fer, les mesures montrent qu'elle est généralement supérieure à la concentration voulue. C'est particulièrement marquant sur l'essai ayant permis de calculer le CoV où l'intervalle de confiance de la moyenne est largement supérieure à 5 mgFe³⁺/L. Un point d'attention à propos de cet essai est qu'il a été réalisé sur eau de service et n'a donc pas rencontré les mêmes problèmes de colmatage que les essais sur eaux usées.

4.2.3. Hydrocyclone

L'hydrocyclone ne semble pas adapté au traitement des ERU. En effet, celles-ci contiennent des particules trop fines et inférieures à ce qui est conseillé pour cet ouvrage (100 µm). Cette affirmation doit être tempérée par le fait que l'appareil de mesure utilisé n'allait que jusque 3.500 µm. Hors, les particules présentes dans l'eau pouvaient potentiellement aller jusque 10 mm (taille du dégrillage). Une partie du spectre n'a donc pas pu être évaluée.

Les forces de cisaillement importantes présentes dans cet ouvrage semblent casser les particules présentes dans l'eau usée en de plus petites fractions ce qui est à l'opposé de ce qui était recherché dans ce travail. C'est probablement également le cas avec l'ajout de chlorure ferrique, la formation et la tenue de floes nécessitant des gradients de vitesse suffisamment bas. L'ajout de coagulant n'est donc pas indiqué pour ce type de séparation.

Toutefois, certaines études ont montré une certaine efficacité des hydrocyclones comme séparateur primaire. Khatri et al. (2020) obtient 25 à 30% d'abattement des MES. Huang et al. (2021) obtient quant à lui 71,39% d'abattement de sable fin (30-200 µm) et 17,38% d'abattement de matière organique. Les performances varient selon la conception de l'hydrocyclone (Huang et al., 2021).

L'hydrocyclone peut également être utilisée comme séparateur secondaire pour les boues activées (Gemza et al., 2022; Kassymbekov et al., 2021). Gemza et al. (2022) a d'ailleurs observé la formation de floe de taille supérieur à 600 µm après un usage sur le long terme de l'hydrocyclone.

Les résultats des essais menés dans le cadre de ce travail ne sont donc pas en adéquation avec la bibliographie. Plusieurs hypothèses peuvent être formulées à ce sujet :

- Le manque de répétition des essais ne permet de conclure de manière formelle quant à l'inefficacité de l'hydrocyclone.

- Certains auteurs (Gemza et al., 2022; Huang et al., 2021) notent l'amélioration des performances de l'hydrocyclone avec un usage sur le long-terme, il serait donc intéressant de mener des essais continus afin d'évaluer de manière plus précise les effets de l'hydrocyclone sur une plus longue durée.
- En plus de la taille des particules, leur densité peut avoir des effets significatifs sur les capacités de séparation de l'hydrocyclone (Ji et al., 2017).
- Le design de l'hydrocyclone n'était pas adapté à l'eau traitée (Huang et al., 2021).

Les hydrocyclones peuvent être utilisés selon des dispositions différentes : en série ou en parallèle, ce qui permet d'adapter leur design et de modifier leurs caractéristiques (Lv et al., 2018; Yang et al., 2013). Certains types de pollution peuvent être ciblés avec cette technique (Lv et al., 2020).

4.2.4. Décanteur lamellaire

Une critique peut être émise concernant les essais du décanteur lamellaire : la purge de boue n'a pu être calibrée qu'une fois les premiers résultats disponibles. Il est donc possible qu'elle ait été insuffisante au début des essais et ait mené à des résultats inférieurs à une optimisation optimale du décanteur lamellaire.

Toutefois, ce risque de contamination de l'effluent du décanteur lamellaire par une éventuelle remontée des boues est tempéré par deux choses :

- Au début des essais, l'eau usée était particulièrement peu concentrée dû aux pluies régulières de ce printemps 2024. Cette faible concentration de la pollution a entraîné une faible production de boue et donc une fréquence de purge plus faible ce qui a permis de limiter ce risque.
- Une attention particulière a été prise lors de l'échantillonnage ce qui a permis d'écarter les essais présentant des risques de contamination.

Concernant la gestion de la purge, bien qu'elle n'ait pas été optimale durant les premiers essais, ces deux affirmations ont permis de conserver les résultats de ces essais. L'optimisation de la purge reste une voie d'amélioration du pilote possible et les derniers essais sont considérés comme les plus représentatifs.

Le décanteur lamellaire a montré de bons résultats en termes d'abattement de la turbidité et de turbidité résiduaire. Ces résultats, en termes d'abattement de la turbidité et des MES sont de l'ordre de 70 à 95 % selon la charge d'entrée ce qui est en accord – voir supérieur – aux

prévisions. Le faible nombre de répétitions et les conditions dans lesquels ont été réalisés les essais ne permettent pas de tirer de conclusions certaines à propos de la dose de coagulants à utiliser. Toutefois, la dose de 10 mgFe³⁺/L semble prometteuse avec des turbidités résiduelles descendant jusqu'à 15 FNU, ce qui est du même ordre que les essais en jar-tests et qui n'a pas pu être atteint avec la dose de 5 mgFe³⁺/L. La dose de 20 mgFe³⁺/L a donné des abattements d'ordre similaire mais semble entraîner une diminution de la concentration des boues (également constatée sur les jar-tests).

Ainsi, dans le but d'améliorer les performances du pilote, il pourrait être intéressant de favoriser l'ajout d'une faible dose de flocculant en complément de la coagulation plutôt que d'augmenter la dose de chlorure ferrique. En effet, les essais en jar-test et sur pilote avec ajout de flocculants sont prometteurs, à la fois en termes d'abattement de la pollution et en termes de concentration en MES des boues.

4.2.5. Réactivation

Concernant les ERU, les résultats du pilote de séparation primaire permettraient d'approcher la norme de rejet en termes de MES (35 mg/L) mais n'ont potentiellement qu'un faible impact sur la DCO soluble. D'où la nécessité d'affiner l'épuration avec un traitement biologique secondaire constitué d'une zone végétalisée précédée d'une réactivation (objectif d'élimination de la septicité et d'une fraction de la DCO soluble). Dans le cas de ce pilote, le traitement qui devait être évalué est un système de réactivation avec biomasse fixée. Toutefois, au vu des difficultés rencontrées pendant la mise en service, l'efficacité du système de réactivation n'a pas pu être évaluée. Quelques points peuvent toutefois être soulevés à ce sujet :

- Les supports pour le biofilm sont en général à base de plastique. Ce matériau présente l'avantage d'une faible densité et une haute résistance mécanique. Le principal défaut de ce matériau est qu'il est chargé négativement, ce qui entraîne un détachement facile du biofilm et une longue période de mise en route (Mao et al., 2017). Dans le cas du pilote, le support est en polypropylène. Dans la catégorie des supports plastiques, Al-Amshawee et al. (2020) a classé différents types de matériaux suivants leur performance en terme d'abattement de la DCO comme ceci : alcool polyvinylique > polyuréthane > polyéthylène > polypropylène. Ce matériau ne semble donc pas être le plus performant de ce point de vue. Malheureusement, les études réalisées sur les performances des systèmes à biomasse fixée se concentrent généralement sur l'étude des paramètres cinétiques et opératoires et non sur l'impact du support (Al-Amshawee et al., 2020).

- Un des risques majeurs lié à la biomasse fixée est le risque de colmatage. En effet, avec le temps, la croissance de la biomasse peut s'accumuler dans les interstices, réduire les pores et limiter la diffusion d'oxygène et de nutriments. Ce processus peut se réguler tout seul grâce aux collisions et forces de frottements engendrées par les flux d'eau et d'air ainsi que par la maturation et le vieillissement du biofilm entraînant un détachement de celui-ci de manière régulière (Edeline, 1997). Ce processus peut être impacté par de nombreux facteurs : le support (Al-Amshawee et al., 2020), la température (la période mars-avril est la plus critique) (Le Bihan & Lessard, 2000), l'aération (Albuquerque et al., 2012) ou encore les caractéristiques opératoires et de l'influent (Hamoda & Abd-El-Bary, 1987).

4.2.6. Zone de rejet végétalisé

La zone de rejet végétalisée est un système basé sur la nature permettant d'épurer les eaux et est envisagée comme traitement final de l'eau, après le traitement primaire poussée (coagulation) et la réactivation.

Il en existe de nombreux types : filtres plantés à écoulement vertical ou horizontal, marais flottants, filtre planté de macrophytes,... qui permettent de s'adapter à des situations diverses (Kadlec & Wallace, 2008). Ce type d'épuration présente de nombreux avantages :

- Intérêt pour la biodiversité (Semeraro et al., 2015)
- Peu de besoin en termes de maintenance et d'énergie (Sundaravadivel & Vigneswaran, 2001)
- Pas de production de boue (Sundaravadivel & Vigneswaran, 2001)
- Systèmes adaptables à différents types de climat malgré une certaine sensibilité à la saisonnalité (Ghimire et al., 2019; Werker et al., 2002)
- Adaptables à de faibles niveaux de pollution et à des variations de charge hydraulique (Ghimire et al., 2019)

Parmi les différents systèmes existants, les zones humides flottantes sont particulièrement prometteuses. Ces zones humides flottantes sont constituées de radeaux flottants qui peuvent éventuellement soutenir un substrat et sur lesquelles reposent des plantes de types hélophytes (*Juncus sp.*, *Carex sp.*, *Cyperus sp.*, *Typha sp.*, *Iris sp.*, *Phragmites sp.*,...) (Kadlec & Wallace, 2008). Les racines des plantes baignent alors dans l'eau à traiter et jouent de nombreux rôles : elles réduisent la turbulence, améliorent la sédimentation, servent de supports aux biofilms, apportent de l'oxygène et absorbent les

nutriments (Shahid et al., 2018; Stewart et al., 2008). Ce type de traitement présente une efficacité variable selon le temps de rétention hydraulique et la qualité de l'influent. Sur ERU, la charge hydraulique typique est de 7cm/jour et permet d'atteindre 85 % d'abattement de la DCO et des MES et 40 % d'abattement de l'azote total (Chen et al., 2016). Grâce au prétraitement avancée, il est probable que cette charge hydraulique soit réduite, permettant de construire un plus petit ouvrage avec des contraintes spatiales et d'entretien plus faibles.

Les zones humides flottantes ont également un effet positif sur les métaux lourds, permettant d'atteindre des taux d'élimination de 0,4, 2,3, 10,6, 0,3, 0,9 et 0,2 g.m⁻².j⁻¹ pour le cuivre, le zinc, le fer, le nickel, le manganèse et le plomb (Van de Moortel et al., 2010).

4.2.7. Voies d'amélioration

Concernant la conception du pilote, quelques améliorations peuvent être envisagées à plusieurs niveaux :

Premièrement, il serait intéressant d'envisager un dégrillage plus fin afin d'éviter un colmatage des pompes et vannes.

Deuxièmement, l'instrumentation peut être améliorée sur plusieurs points :

- Le rotamètre à flotteur, bien que simple dans sa conception et son utilisation révèle quelques faiblesses. En effet, il est susceptible de s'encrasser rapidement, ce qui fausse la lecture et peut également mener à une diminution du débit général sans que l'opérateur ne le remarque. De plus, lorsque l'eau est chargée et fortement turbide, la lecture peut être compromise. D'autres types de débitmètres, comme les débitmètres à ultrasons, sont non-intrusifs et permettraient d'éviter ce type de problèmes.
- L'utilisation d'un manomètre dans des conduites sous pression, comme c'est le cas dans ce pilote, est généralement indiquée. Particulièrement dans le cas de ce pilote où le risque de colmatage présentait de sérieux problèmes, la mesure de la pression à la sortie de la pompe peut être utilisée pour prévenir le risque de surpression importante entraînant la rupture de certains éléments et le retour de réactifs potentiellement concentré dans les conduites aval ainsi que son rejet dans l'environnement proche.
- En ce qui concerne l'asservissement à la conductivité, celui-ci sera discuté dans la partie 4.3., page 52)

Troisièmement, un système d'élimination des flottants pourrait s'avérer intéressant, une accumulation de boue flottante ayant été constatée (Figure 28). Ce système peut soit être intégré en prétraitement comme c'est généralement le cas dans les stations actuelles avec un système de flottation ou alors directement au niveau du système de séparation (décanteur). Dans ce deuxième cas, plusieurs technologies sont envisageables comme les goulottes et déversoirs orientables, les collecteurs oléophiles à tambour ou à bande, les récupérateurs mécaniques fixes ou la récupération à l'aide d'un vortex (Degrémont SA, 2005). Le choix se basera sur le coût de chacune de ces technologies, la nature de la pollution et la quantité d'eau à récupérer.



Figure 28 : photo du dessus du décanteur lamellaire après 5 heures de fonctionnement

Quatrièmement, concernant l'ajout de flocculant, il est globalement recommandé de maintenir un mélange avec des gradients de vitesse faible pendant 10 à 20 minutes afin de favoriser la formation de floccs (Bratby, 2016). Hors, dans le cas du pilote, le temps de mélange est de l'ordre des secondes et peut potentiellement impacter la qualité des floccs. Il serait donc envisageable d'augmenter ce temps de mélange (en augmentant la longueur de tuyau par exemple ou en ajoutant un tank de mélange) pour améliorer le processus de floculation. Cette augmentation de la longueur du tuyau permettrait également d'améliorer le mélange de manière générale puisque les mesures de la teneur en fer sur eau de service avaient montré que celui-ci n'était pas homogène à une dose de $5 \text{ mgFe}^{3+}/\text{L}$ mais s'améliorait avec la longueur de tuyau.

4.2.8. Usages futurs du pilote

La décantation primaire chimiquement assistée est particulièrement indiquée pour les eaux contenant beaucoup de MES, une DCO soluble faible et des ortho-phosphates élevés. En cela, parmi les eaux testées, celle provenant de l'industrie des plats préparés semble la plus indiquée.

Dans le cas de ces eaux en particulier, l'usage du coagulant augmentait drastiquement les abattements des MES et de la turbidité avec des MES résiduelles de 107,5 mg/L.

Les eaux d'aliments pour bébé ont également montré de très bonnes performances en termes de MES résiduelle 35,5 mg/L. Ces eaux étaient peu chargées en Po, l'usage d'un coagulant organique paraît donc approprié à leur cas.

Les eaux provenant d'industrie agro-alimentaires sont généralement plus chargées en termes de MES et de DCO que les ERU. Il faudra donc être particulièrement vigilant à la gestion de la purge et au risque de colmatage des lamelles du décanteur lamellaire.

4.3. Asservissement à la conductivité

4.3.1. Conductivité brute VS Conductivité corrigée

La correction de la conductivité ne semble pas avoir d'effets bénéfiques sur les modèles ROC mais améliore le R^2 de la régression linéaire. L'utilisation de la conductivité corrigée – et la prise en compte de la conductivité de l'eau de ville – permettrait donc de saisir une plus grande part de la variabilité.

Il est à noter que les données des études de dilution venaient généralement de l'ouest et le centre du Hainaut. Ces régions partagent une géologie proche (Figure 29) et sont généralement alimentée en eau de ville par des captages (SPW, s. d.-b). Il est donc probable que ces eaux partagent des conductivités proches. L'observation des résultats de la station d'Embourg confirment cette théorie : ces eaux affichent généralement des conductivités plus faibles (voir annexe III) que celles relevées dans les études de dilution. Dans ce cadre, l'usage d'une conductivité corrigée comme comparaison paraît bien plus opportune.

4.3.2. Limites de l'usage de la conductivité

La conductivité ne peut être utilisée que comme l'indicateur de la présence d'une pollution. Il est notable que les MES et la conductivité sont deux paramètres de l'eau très différents : l'un mesure les particules présentes quand l'autre mesure les ions. Ainsi, il est notable que certaines sources de pollution puissent fausser le modèle. A titre d'exemple, il est possible d'évoquer le salage des routes ou le relargage de sels par les adoucisseurs domestiques pendant la nuit.

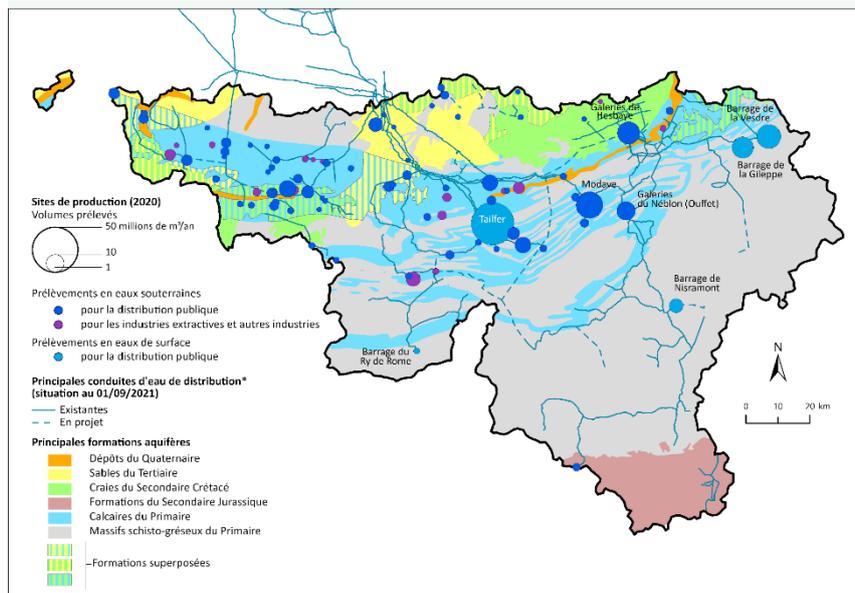


Figure 29 : Sites de production wallons d'eau de distribution d'eau provenant des eaux de surface et souterraines ($\geq 1.000.000 \text{ m}^3$) (SPW, s. d.-b)

4.3.3. Seuil de MES utilisé

Lors de l'évaluation de la conductivité comme classificateur, un seuil de 35 mg/L de MES a été utilisé. Toutefois, ce seuil devrait être précisé : en effet, même sans ajout de coagulant, le décanteur lamellaire abat une certaine quantité de MES, ce qui permettrait de remonter ce seuil.

4.4. Aspects économiques

Les CAPEX et OPEX d'une station de 500 EH utilisant une technologie de séparation primaire avancée avaient été évalués en début de projet par M. Alain Magis et M. Paul Henry (évaluation de la faisabilité du projet) du Cebedeau. Ils avaient également été comparés avec une station de 500 EH utilisant un biodisque.

En ce qui concerne le CAPEX, les estimations montraient une évaluation de 1.501 €/EH pour le biodisque et de 1.072 €/EH. Cette évaluation ne prenait pas en compte les postes communs.

En ce qui concerne l'OPEX, la majorité du coût de la séparation primaire avancée est due aux réactifs utilisés alors que, pour le biodisque, elle est due à la consommation d'énergie. Ainsi, les estimations laissaient présager une économie de 1.500 €/an liée à la diminution de l'aération et un surcoût de 5.000 €/an lié à la consommation de réactif. Ce surcoût a été calculé sur base d'une concentration de l'ordre de 40 mgFe³⁺/L. Or, l'expérimentation laisse penser que

des concentrations de l'ordre de 10 mgFe³⁺/L sont plus envisageables, amenant ce surcoût à 1.250 €/an.

Ainsi, que ce soit du point de vue du CAPEX ou de l'OPEX, la séparation primaire est avantageuse par rapport au biodisque. Cependant, les coûts d'exploitation sont fortement dépendants du prix du coagulant (chlorure ferrique dans ce cas) d'où l'importance d'optimiser son usage et de continuer à chercher des coagulants potentiellement bio-basés ou produits localement.

Un aspect intéressant de la séparation primaire est que, les boues n'ayant pas fait l'objet d'une digestion par les bactéries, elles contiennent potentiellement plus d'énergie valorisable en biométhanisation. Cette récupération d'énergie présente donc une potentielle économie pour le traitement des eaux et est un des principaux atouts de la séparation primaire assistée (Abdelrahman et al., 2023; Bezirgiannidis et al., 2020).

5. Contribution personnelle de l'étudiante

Ma contribution peut être résumée comme suit :

- Mise en place des protocoles des jar-tests et des essais pilote
- Essais laboratoire et analyses laboratoire
- Participation à la mise en service du pilote
- Essais sur pilote, échantillonnage et analyses laboratoire (à l'exception d'une partie des analyses de concentration en fer, réalisée par le technicien du Cebedeau en charge du spectromètre à absorption atomique)
- Analyse de l'ensemble des données présentées
- Rédaction du présent rapport

6. Conclusion et perspectives

En conclusion, la séparation primaire chimiquement assistée paraît bien adaptée au traitement des ERU dans le cadre des petites collectivités. L'utilisation du décanteur lamellaire comme séparateur, avec une dose de 10 mg Fe³⁺/L (FeCl₃) comme coagulant, a permis d'atteindre des abattements de turbidité supérieurs à 90 %, ce qui est adéquat pour les étapes de traitement ultérieures. Toutefois, des tests supplémentaires sur une période plus longue sont nécessaires pour confirmer ces résultats.

En revanche, l'hydrocyclone ne paraît pas être une technologie de séparation adaptée aux ERU. Cela peut être dû à la densité des particules, à leur taille ou aux forces de cisaillement importantes présentes dans l'hydrocyclone. Toutefois, plusieurs pistes paraissent pertinentes pour statuer sur l'efficacité de l'hydrocyclone :

- Réaliser des tests supplémentaires sur de plus longues périodes et sur des eaux aux caractéristiques différentes.
- Envisager la configuration de plusieurs hydrocyclones en série ou en parallèle pour améliorer leurs performances.

L'utilisation de la conductivité comme contrôle de l'ajout ou non de coagulant est prometteuse, ce qui permettra de limiter l'usage de réactif lorsque la charge polluante est faible.

Un suivi des performances du bassin de réactivation devra être mené afin d'en préciser le dimensionnement.

Enfin, le conditionnement et le traitement de boue devra également être étudié mais ceci fait partie d'un autre axe du projet FEDER, porté par l'Uliège.

7. Bibliographie

- Abdel-Fatah, M. A., Al Bazed, G. A., Hawash, S. I., & Amin, A. (2021). Feasibility Study on Wastewater Treatment Using Chemically Enhanced Primary Treatment. *Letters in Applied NanoBioScience*, 11(3), 3917-3926. <https://doi.org/10.33263/LIANBS113.39173926>
- Abdelrahman, A. M., Kosar, S., Gulhan, H., Cicekalan, B., Ucas, G., Atli, E., Guven, H., Ozgun, H., Ozturk, I., Koyuncu, I., van Lier, J. B., Volcke, E. I. P., & Ersahin, M. E. (2023). Impact of primary treatment methods on sludge characteristics and digestibility, and wastewater treatment plant-wide economics. *Water Research*, 235, 119920. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2023.119920>
- Accoe, F., Berglund, M., Duta, S., Hennessy, C., Taylor, P., Van Hoof, K., & De Smedt, S. (2008). Source Apportionment of Nitrate Pollution in Surface Water Using Stable Isotopes of N and O in Nitrate and B : A Case Study in Flanders (Belgium). *JRC Scientific And Technical Reports*. <https://doi.org/10.2787/60437>
- Aiyuk, S., Amoako, J., Raskin, L., van Haandel, A., & Verstraete, W. (2004). Removal of carbon and nutrients from domestic wastewater using a low investment, integrated treatment concept. *Water Research*, 38(13), 3031-3042. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2004.04.040>
- Al-Amshawee, S., Yunus, M. Y. B. M., Vo, D.-V. N., & Tran, N. H. (2020). Biocarriers for biofilm immobilization in wastewater treatments : A review. *Environmental Chemistry Letters*, 18(6), 1925-1945. <https://doi.org/10.1007/s10311-020-01049-y>
- Albuquerque, A., González-Martínez, A., & Osorio, F. (2012). Effect of aeration on steady-state conditions in non- and partially aerated low-loaded biofilter. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 9(3), 395-408. <https://doi.org/10.1007/s13762-012-0073-3>
- Bergström, J., & Vomhoff, H. (2007). Experimental hydrocyclone flow field studies. *Separation and Purification Technology*, 53(1), 8-20. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2006.09.019>
- Bezirgiannidis, A., Chatzopoulos, P., Tsakali, A., Ntougias, S., & Melidis, P. (2020). Renewable energy recovery from sewage sludge derived from chemically enhanced precipitation. *Renewable Energy*, 162, 1811-1818. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2020.10.005>

- Boon, A. G. (1995). Septicity in sewers : causes, consequences and containment. *Water Science & Technology*, 31(7), 237-253. <https://doi.org/10.2166/wst.1995.0240>
- Bratby, J. (2016). *Coagulation and flocculation in water and wastewater treatment* (Third edition). IWA Publishing. <https://doi.org/10.2166/9781780407500>
- Cabirol, N., Barragán, E. J., Durán, A., & Noyola, A. (2003). Effect of aluminium and sulphate on anaerobic digestion of sludge from wastewater enhanced primary treatment. *Water Science and Technology*, 48(6), 235-240. <https://doi.org/10.2166/wst.2003.0407>
- Cavagnaro, P. V., Work, S. W., Bennett, E. R., & Linstedt, K. D. (1978). Enhancement of Phosphorus Removal through Iron Coagulation following Lime Precipitation. *Journal (Water Pollution Control Federation)*, 50(1), 95-100.
- Chen, Z., Cuervo, D. P., Müller, J. A., Wiessner, A., Köser, H., Vymazal, J., Kästner, M., & Kuschik, P. (2016). Hydroponic root mats for wastewater treatment—A review. *Environmental Science and Pollution Research*, 23(16), 15911-15928. <https://doi.org/10.1007/s11356-016-6801-3>
- Chys, M., Demeestere, K., Nopens, I., Audenaert, W. T. M., & Van Hulle, S. W. H. (2018). Municipal wastewater effluent characterization and variability analysis in view of an ozone dose control strategy during tertiary treatment : The status in Belgium. *Science of The Total Environment*, 625, 1198-1207. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.01.032>
- Clark, T., & Stephenson, T. (1998). Effects of Chemical Addition on Aerobic Biological Treatment of Municipal Wastewater. *Environmental Technology*, 19(6), 579-590. <https://doi.org/10.1080/09593331908616714>
- Colin, D. (2007). *Les procédés d'épuration des petites collectivités du bassin Rhin Meuse. Eléments de comparaison techniques et économiques* [2007]. Agence de l'eau Rhin Meuse; Agence de l'eau Rhin Meuse. <https://cdi.eau-rhin-meuse.fr/Record.htm?idlist=1&record=19247609124910658819>
- Degrémont SA (Éd.). (2005). *Mémento technique de l'eau* (10e éd). Degrémont-Suez diff. Lavoisier.
- Directive - 2008/98 - EN - EUR-LEx. (2008). <http://data.europa.eu/eli/dir/2008/98/oj/fra>
- Dire Rhône Alpes. (2020). Le chlorure ferrique : un liquide corrosif d'usage courant. Dans *la Drire Rhône Alpes*. <https://www.aria.developpement-durable.gouv.fr/wp-content/uploads/2020/10/2020-09-10-Le-chlorure-ferrique-FAR-VP-Vfin.pdf>

- Dodds, W. K., Perkin, J. S., & Gerken, J. E. (2013). Human Impact on Freshwater Ecosystem Services : A Global Perspective. *Environmental Science & Technology*, 47(16), 9061-9068. <https://doi.org/10.1021/es4021052>
- Economie circulaire | Belgium.be.* (s. d.). Consulté 21 mars 2024, à l'adresse https://www.belgium.be/fr/economie/developpement_durable/economie_durable/economie_circulaire
- Edeline, F. (1997). *L'épuration biologique des eaux*. CEBEDOC.
- Edeline, F. (1998). *L'épuration physico-chimique des eaux : Théorie et technologie* (4ème éd. contient quelques corrections et ajouts significatifs). Cebedoc Tec & Lavoisier.
- Ersahin, M. E., Yangin Gomec, C., Dereli, R. K., Arıkan, O., & Ozturk, I. (2011). Biomethane Production as an Alternative Bioenergy Source from Codigesters Treating Municipal Sludge and Organic Fraction of Municipal Solid Wastes. *BioMed Research International*, 2011(1), 953065. <https://doi.org/10.1155/2011/953065>
- Eslamian, S. (Éd.). (2016). *Urban water reuse : Handbook*. CRC Press, Taylor & Francis Group.
- Farley, K. J., & Morel, F. M. M. (1986). Role of coagulation in the kinetics of sedimentation. *Environmental Science & Technology*, 20(2), 187-195. <https://doi.org/10.1021/es00144a014>
- Fonctionnement et applications des hydrocyclones.* (s. d.). HECTRON. Consulté 25 mars 2024, à l'adresse <https://www.hectron.com/fonctionnement-et-applications-des-hydrocyclones/>
- Gemza, N., Janiak, K., Zięba, B., Przyszlak, J., & Kuśnierz, M. (2022). Long-term effects of hydrocyclone operation on activated sludge morphology and full-scale secondary settling tank wet-weather operation in long sludge age WWTP. *Science of The Total Environment*, 845, 157224. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.157224>
- Ghimire, U., Nandimandalam, H., Martinez-Guerra, E., & Gude, V. G. (2019). Wetlands for wastewater treatment. *Water Environment Research*, 91(10), 1378-1389. <https://doi.org/10.1002/wer.1232>
- Grady, C. P. L., & Daigger, G. T. (Éds.). (2011). *Biological wastewater treatment* (3. ed). IWA Publ.
- Hahn, H. H., Hoffmann, E., & Ødegaard, H. (2004). *Chemical Water and Wastewater Treatment VIII*. IWA Publishing.

- Hamoda, M. F., & Abd-El-Bary, M. F. (1987). Operating characteristics of the aerated submerged fixed-film (ASFF) bioreactor. *Water Research*, 21(8), 939-947. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(87\)80011-8](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(87)80011-8)
- Henze, M. (Éd.). (2008). *Biological wastewater treatment : Principles, modelling and design*. IWA Pub.
- HN / HNC | *Stainless steel hydrocyclones*. (s. d.). HECTRON. Consulté 31 mai 2024, à l'adresse <https://www.hectron.com/en/hn-hnc-stainless-steel-hydrocyclones/>
- Hosseini, S. M., Razzaghi, K., & Shahraki, F. (2019). Design and characterization of a Low-pressure-drop static mixer. *AIChE Journal*, 65(3), 1126-1133. <https://doi.org/10.1002/aic.16505>
- Huang, X., Lu, Y., Wu, G., & Liu, Z. (2021). Research on the experiment of the enhancement removal of fine sand by hydrocyclone in sewage treatment plant. *Environmental Science and Pollution Research*, 28(1), 337-353. <https://doi.org/10.1007/s11356-020-10493-w>
- Ismail, I. M., Fawzy, A. S., Abdel-Monem, N. M., Mahmoud, M. H., & El-Halwany, M. A. (2012). Combined coagulation flocculation pre treatment unit for municipal wastewater. *Journal of Advanced Research*, 3(4), 331-336. <https://doi.org/10.1016/j.jare.2011.10.004>
- Ji, L., Kuang, S., Qi, Z., Wang, Y., Chen, J., & Yu, A. (2017). Computational analysis and optimization of hydrocyclone size to mitigate adverse effect of particle density. *Separation and Purification Technology*, 174, 251-263. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.10.034>
- Kadlec, R. H., & Wallace, S. (2008). *Treatment Wetlands* (0 éd.). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781420012514>
- Kassymbekov, Z., Akmalaiuly, K., & Kassymbekov, G. (2021). Application of Hydrocyclones to Improve Membrane Technologies for Urban Wastewater Treatment. *Journal of Ecological Engineering*, Vol. 22(nr 4). <https://doi.org/10.12911/22998993/134043>
- Khatri, N., Khatri, K. K., & Sharma, A. (2020). Enhanced Energy Saving in Wastewater Treatment Plant using Dissolved Oxygen Control and Hydrocyclone. *Environmental Technology & Innovation*, 18, 100678. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2020.100678>
- Koller, E. (2013). 4. Sédimentation et décantation. *Aide-memoire de l'ingénieur*, 4, 57-84.
- Kooijman, G., De Kreuk, M. K., & van Lier, J. B. (2017). Influence of chemically enhanced primary treatment on anaerobic digestion and dewaterability of waste sludge. *Water Science and Technology*, 76(7), 1629-1639. <https://doi.org/10.2166/wst.2017.314>

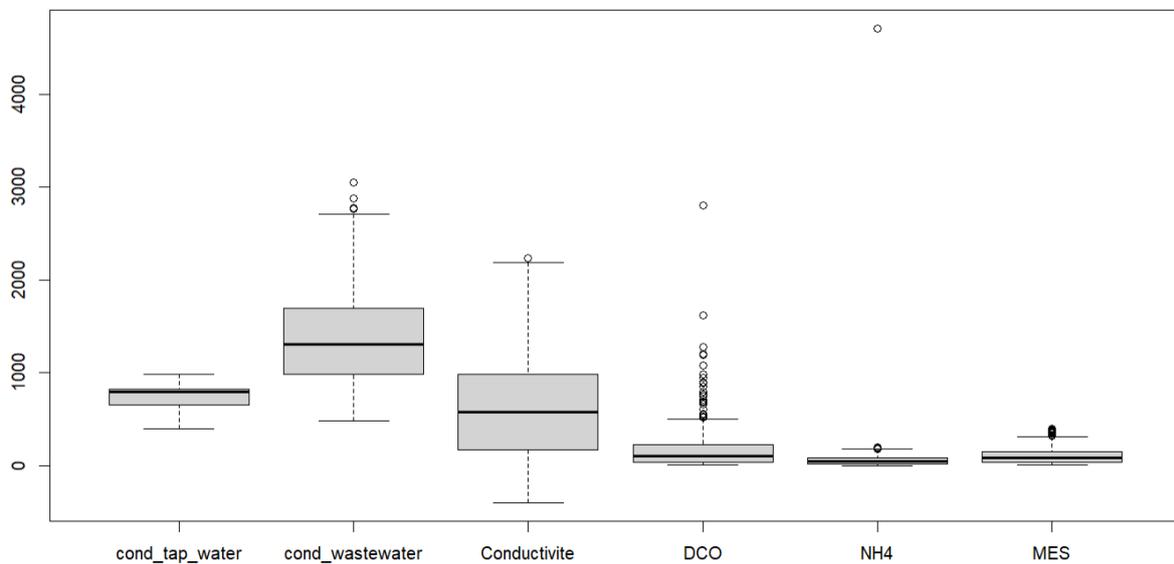
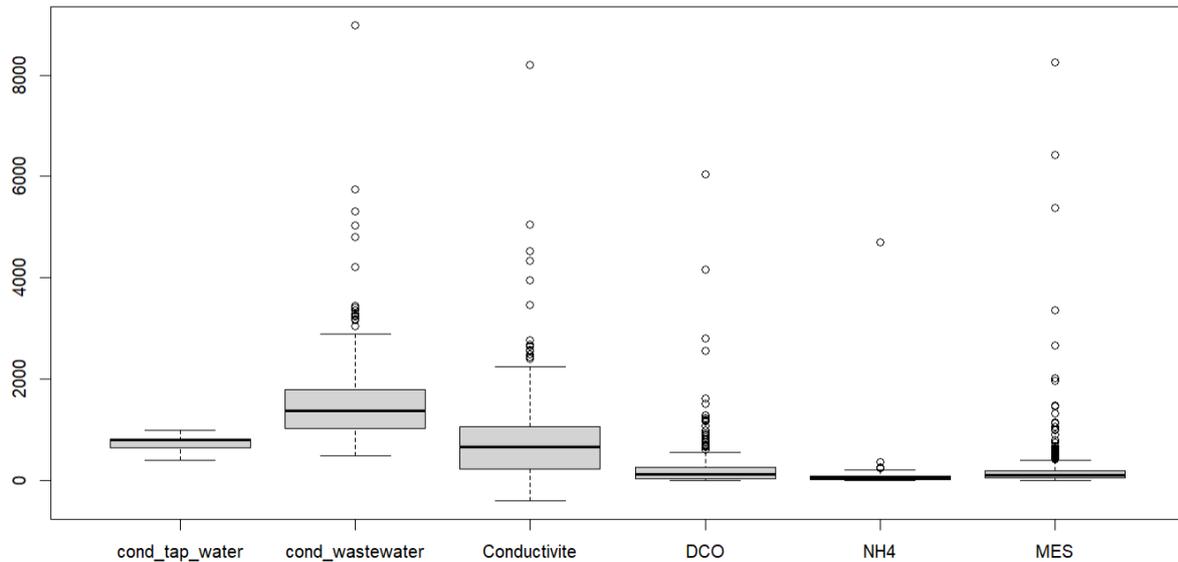
- Le Bihan, Y., & Lessard, P. (2000). Monitoring biofilter clogging : Biochemical characteristics of the biomass. *Water Research*, 34(17), 4284-4294. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(00\)00202-5](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(00)00202-5)
- Le, H., Jantararat, N., Khanitchaidecha, W., Ratananikom, K., & Nakaruk, A. (2016). Utilization of Waste Materials for Microbial Carrier in Wastewater Treatment. *BioMed Research International*, 2016, 1-6. <https://doi.org/10.1155/2016/6957358>
- Liyanage, C. P., & Yamada, K. (2017). Impact of Population Growth on the Water Quality of Natural Water Bodies. *Sustainability*, 9(8), Article 8. <https://doi.org/10.3390/su9081405>
- Loupasaki, E., & Diamadopoulou, E. (2013). Attached growth systems for wastewater treatment in small and rural communities : A review. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 88(2), 190-204. <https://doi.org/10.1002/jctb.3967>
- Lv, W., Chen, J., Chang, Y., Liu, H., & Wang, H. (2018). UU-type parallel mini-hydrocyclone group separation of fine particles from methanol-to-olefin industrial wastewater. *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 131, 34-42. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2018.03.015>
- Lv, W., Zhao, K., Ma, S., Kong, L., Dang, Z., Chen, J., Zhang, Y., & Hu, J. (2020). Process of removing heavy metal ions and solids suspended in micro-scale intensified by hydrocyclone. *Journal of Cleaner Production*, 263, 121533. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121533>
- Mao, Y., Quan, X., Zhao, H., Zhang, Y., Liu, T., & Quan, W. (2017). Accelerated startup of moving bed biofilm process with novel electrophilic suspended biofilm carriers. *Chemical Engineering Journal*, 315. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.01.041>
- Marani, D., Ramadori, R., & Braguglia, C. M. (2004). Improving Primary Treatment of Urban Wastewater with Lime-Induced Coagulation. *Annali Di Chimica*, 94(5-6), 399-408. <https://doi.org/10.1002/adic.200490049>
- Meric, S., Guida, M., Anselmo, A., Mattei, M., Melluso, G., & Pagano, G. (2002). Microbial and COD removal in a municipal wastewater treatment plant using coagulation flocculation process. *Journal of environmental science and health. Part A, Toxic/hazardous substances & environmental engineering*, 37, 1483-1494. <https://doi.org/10.1081/ESE-120013271>
- Notion d'équivalent-habitant (EH) | Société Publique de la Gestion de l'Eau.* (s. d.). Consulté 11 mars 2024, à l'adresse <https://www.spge.be/fr/notion-d-equivalent-habitant-eh.html?IDC=1094&IDD=1368>

- Olsson, G. (2012). ICA and me – A subjective review. *Water Research*, 46(6), 1585-1624. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.12.054>
- Pahlavanzadeh, S., Zoroufchi Benis, K., Shakerkhatibi, M., Karimi Jashni, A., Taleb Beydokhti, N., & Alizadeh Kordkandi, S. (2018). Performance and kinetic modeling of an aerated submerged fixed-film bioreactor for BOD and nitrogen removal from municipal wastewater. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6(5), 6154-6164. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.09.045>
- Perkins, N. J., & Schisterman, E. F. (2006). The Inconsistency of “Optimal” Cutpoints Obtained using Two Criteria based on the Receiver Operating Characteristic Curve. *American Journal of Epidemiology*, 163(7), 670-675. <https://doi.org/10.1093/aje/kwj063>
- Pivokonský, M., Novotná, K., Čermáková, L., & Petříček, R. (2022). *Jar Tests for Water Treatment Optimization : How to Perform Jar Tests – a handbook*. IWA Publishing. <https://doi.org/10.2166/9781789062694>
- Plan d'assainissement par sous-bassin hydrographique*. (s. d.). Consulté 11 avril 2024, à l'adresse <https://sig.spge.be/carto/apps/webappviewer/index.html?id=788e92576bc341c0890da28761ab53bf>
- Praveenkumar, T. R., Alahmadi, T. A., Salmen, S. H., Verma, T. N., Gupta, K. K., Gavurová, B., & Sekar, M. (2024). Impact of sludge density and viscosity on continuous stirred tank reactor performance in wastewater treatment by numerical modelling. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 105368. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2024.105368>
- Production de chlorure ferrique*. (sd-b). Techniques de L'Ingénieur. <https://www.techniques-technici.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/procedes-industriels-de-base-en-chimie-et-petrochimie-42329210/chloration-des-metaux-et-carbochloration-des-oxydes-j5630/production-du-chlorure-ferrique-j5630niv10006.html>
- Ratnaweera, H., & Fettig, J. (2015). State of the Art of Online Monitoring and Control of the Coagulation Process. *Water*, 7(11), Article 11. <https://doi.org/10.3390/w7116574>
- Robin, X., Turck, N., Hainard, A., Tiberti, N., Lisacek, F., Sanchez, J.-C., & Müller, M. (2011). pROC : An open-source package for R and S+ to analyze and compare ROC curves. *BMC Bioinformatics*, 12(1), 77. <https://doi.org/10.1186/1471-2105-12-77>
- Sánchez-Martín, J., Beltrán-Heredia, J., & Solera-Hernández, C. (2010). Surface water and wastewater treatment using a new tannin-based coagulant. Pilot plant trials. *Journal of*

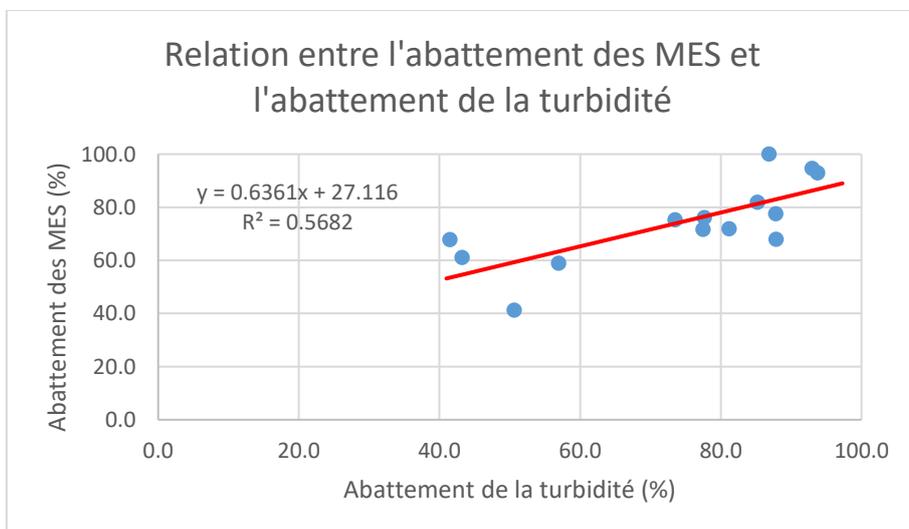
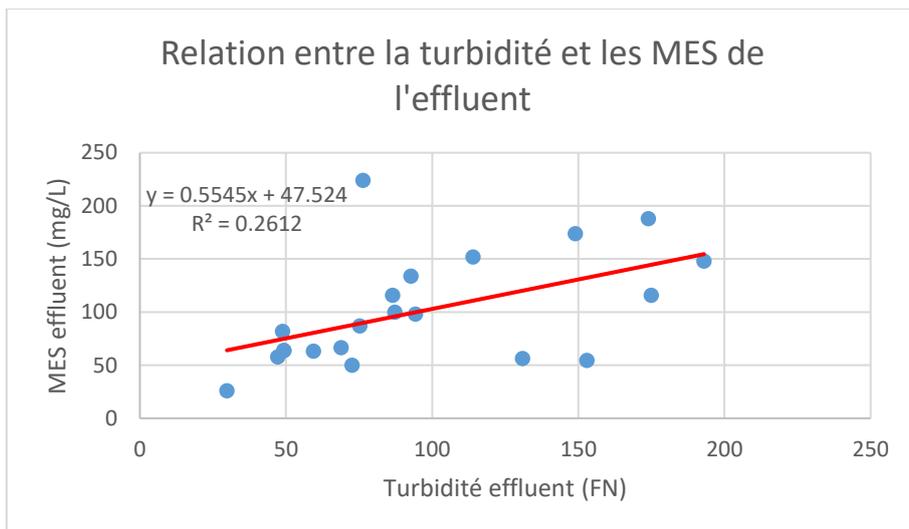
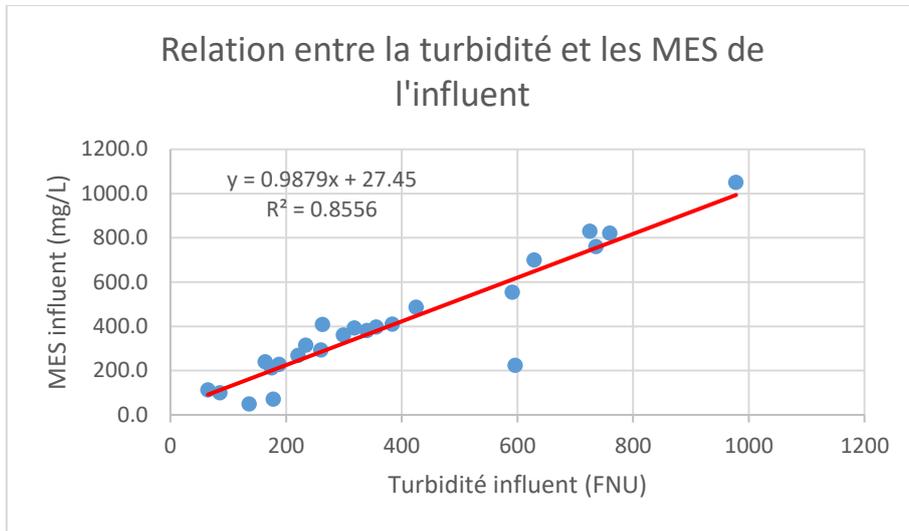
- Environmental Management*, 91(10), 2051-2058.
<https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2010.05.013>
- Schoemaker, F., Grobbe, N., Schakel, M., de Ridder, S., Slob, E., & Smeulders, D. (2012). Experimental Validation of the Electrokinetic Theory and Development of Seismoelectric Interferometry by Cross-Correlation. *International Journal of Geophysics*, 2012. <https://doi.org/10.1155/2012/514242>
- Semeraro, T., Giannuzzi, C., Beccarisi, L., Aretano, R., De Marco, A., Pasimeni, M. R., Zurlini, G., & Petrosillo, I. (2015). A constructed treatment wetland as an opportunity to enhance biodiversity and ecosystem services. *Ecological Engineering*, 82, 517-526. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2015.05.042>
- Shahid, M. J., Arslan, M., Ali, S., Siddique, M., & Afzal, M. (2018). Floating Wetlands : A Sustainable Tool for Wastewater Treatment. *CLEAN – Soil, Air, Water*, 46(10), 1800120. <https://doi.org/10.1002/clen.201800120>
- Shewa, W. A., & Dagne, M. (2020). Revisiting Chemically Enhanced Primary Treatment of Wastewater : A Review. *Sustainability*, 12(15), Article 15. <https://doi.org/10.3390/su12155928>
- SPW. (s. d.-a). *État des masses d'eau—État de l'environnement wallon*. Etat de l'environnement wallon. Consulté 6 mars 2024, à l'adresse http://etat.environnement.wallonie.be/cms/render/live/fr_BE/sites/eew/contents/indicat_orsheets/EAU_1.html
- SPW. (s. d.-b). *Production d'eau de distribution—État de l'environnement wallon*. Etat de l'environnement wallon. Consulté 31 juillet 2024, à l'adresse http://etat.environnement.wallonie.be/cms/render/live/fr_BE/sites/eew/contents/indicat_orsheets/RESS_3.html
- SPW. (s. d.-c). *Taux d'équipement en stations d'épuration collectives—État de l'environnement wallon*. Etat de l'environnement wallon. Consulté 6 juin 2024, à l'adresse http://etat.environnement.wallonie.be/cms/render/live/fr_BE/sites/eew/contents/indicat_orsheets/EAU_19.html
- Stewart, F. M., Muholland, T., Cunningham, A. B., Kania, B. G., & Osterlund, M. T. (2008). *Floating islands as an alternative to constructed wetlands for treatment of excess nutrients from agricultural and municipal wastes – results of laboratory-scale tests*. <https://scholarworks.montana.edu/handle/1/13182>

- Sundaravadivel, M., & Vigneswaran, S. (2001). Constructed Wetlands for Wastewater Treatment. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 31(4), 351-409. <https://doi.org/10.1080/20016491089253>
- Tarpagkou, R., & Pantokratoras, A. (2014). The influence of lamellar settler in sedimentation tanks for potable water treatment—A computational fluid dynamic study. *Powder Technology*, 268, 139-149. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.08.030>
- Tchobanoglous, G., Burton, F. L., Stensel, H. D., & Metcalf & Eddy, Inc (Éds.). (2003). *Wastewater engineering : Treatment and reuse* (4. ed., internat. ed). McGraw-Hill.
- Tomasi, I. T., Machado, C. A., Boaventura, R. A. R., Botelho, C. M. S., & Santos, S. C. R. (2022). Tannin-based coagulants : Current development and prospects on synthesis and uses. *Science of The Total Environment*, 822, 153454. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.153454>
- Valipour, A., Taghvaei, S., V., K., Gholikandi, G., Jamshidi, S., & Hamnabard, N. (2014). An approach on attached growth process for domestic wastewater treatment. *Environmental engineering and management journal*, 13, 145-152. <https://doi.org/10.30638/eemj.2014.018>
- Van de Moortel, A. M. K., Meers, E., De Pauw, N., & Tack, F. M. G. (2010). Effects of Vegetation, Season and Temperature on the Removal of Pollutants in Experimental Floating Treatment Wetlands. *Water, Air, & Soil Pollution*, 212(1), 281-297. <https://doi.org/10.1007/s11270-010-0342-z>
- Water Framework Directive—European Commission*. (2024, janvier 23). https://environment.ec.europa.eu/topics/water/water-framework-directive_en
- Werker, A. G., Dougherty, J. M., McHenry, J. L., & Van Loon, W. A. (2002). Treatment variability for wetland wastewater treatment design in cold climates. *Ecological Engineering*, 19(1), 1-11. [https://doi.org/10.1016/S0925-8574\(02\)00016-2](https://doi.org/10.1016/S0925-8574(02)00016-2)
- Yang, Q., Li, Z., Lv, W., & Wang, H. (2013). On the laboratory and field studies of removing fine particles suspended in wastewater using mini-hydrocyclone. *Separation and Purification Technology*, 110, 93-100. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2013.03.025>

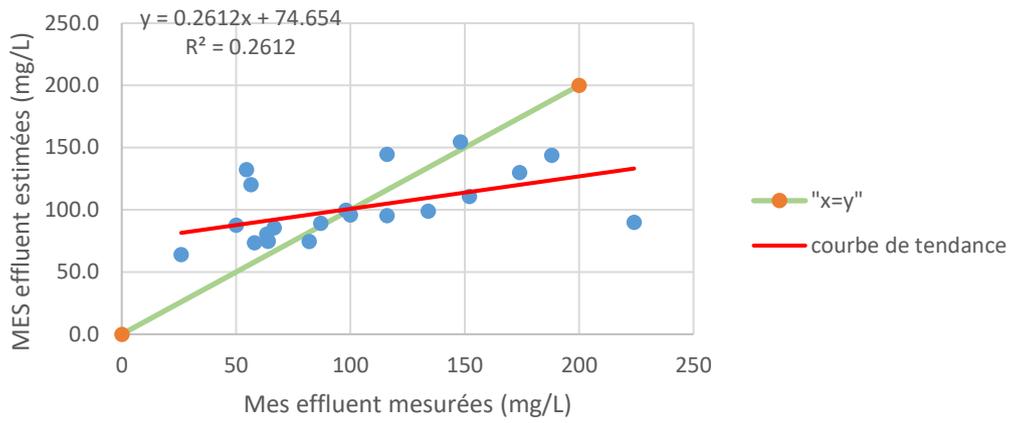
Annexe I : boxplot du jeu de données utilisant la conductivité corrigée avant (au-dessus) et après (en-dessous) leur filtration. La conductivité est en $\mu\text{S}/\text{cm}$, la DCO en mgO_2/L , le NH_4 en mgN/L et les MES en mg/L



Annexe II : Relation entre la turbidité et les MES



Relation entre les MES estimées et les MES mesurées



Annexe III : comparaison entre les conductivités mesurées à Embourg et pendant les études de dilution

